

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

THÈSE PRÉSENTÉE À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

COMME EXIGENCE
PARTIELLE DU DOCTORAT EN SCIENCES
ET GÉNIE DES MATÉRIAUX LIGNOCELLULOSIQUES

PAR

YOUFENG LIN

TRAITEMENT CHIMIQUE
DES FIBRES LONGUES DE PIN GRIS APRÈS FRACTIONNEMENT

JUIN 2012

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

DOCTORAT EN SCIENCES ET GÉNIE DES MATÉRIAUX LIGNOCELLULOSIQUES
(Ph.D.)

Programme offert par l'Université du QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

TRAITEMENT CHIMIQUE DES FIBRES LONGUES DE PIN GRIS
APRÈS FRACTIONNEMENT

PAR

YOUFENG LIN

Robert Lanouette, directeur de recherche	Université du Québec à Trois-Rivières
--	---------------------------------------

Bruno Chabot, président du jury	Université du Québec à Trois-Rivières
---------------------------------	---------------------------------------

Kwei-nam Law, évaluateur	Université du Québec à Trois-Rivières
--------------------------	---------------------------------------

John Wood, évaluateur externe	InfoWood inc.
-------------------------------	---------------

Thèse soutenue le 26 Juin 2012

Remerciements

Tout d'abord, je tiens à dire un grand merci au professeur Robert Lanouette qui m'a offert l'opportunité de mener mes études doctorales à l'Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR), ce qui me permet d'avoir la chance de connaître la culture québécoise et canadienne. De plus, je le remercie pour sa direction, son encouragement et sa patience pendant ces années de travail et d'étude au centre de recherche sur les matériaux lignocellulosiques (CRML).

Je veux aussi remercier le personnel technique du CRML et tout spécialement Messieurs Alain Marchand, Pierre Gendron et Daniel Bégin pour leur aide dans la réalisation des tests de laboratoire et des essais de raffinage en usine pilote. De même, je remercie M. Gaston Michaud pour son aide dans la réalisation des essais de fractionnement en usine pilote et Dre Agnès Lejeune pour les analyses des fibres par microscopie électronique à balayage et spectroscopie de photoélectrons de rayon X. Je remercie également le Dr. Kwei-Nam Law pour ses conseils précieux dans cette recherche.

Je veux dire également un grand merci à tous les ami(e)s que j'ai connu(e)s ici. Nous avons bâti une amitié vraie pendant ces années passées où on s'encourage, on se comprend et on s'aide mutuellement. C'est une grande richesse dans ma vie, pour toujours.

Mes sincères remerciements sont aussi dirigés vers le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (CRSNG), la Fondation de l'UQTR ainsi que le gouvernement du Québec pour leur soutien financier pendant mes études à l'UQTR.

Finalement, je remercie mon épouse et ma famille pour leur support inconditionnel, leur compréhension permanente et leur amour infini durant ma longue période d'étude.

Résumé

Le pin gris (*Pinus banksiana* Lamb.) est une des essences les plus répandues au Canada, mais son taux d'utilisation dans les industries des pâtes à haut rendement demeure bas, dû à des problèmes tels que la présence de poix, une plus grande consommation d'énergie et des propriétés de résistance moindres. Ces problèmes sont reliés avec les caractéristiques spéciales de cette essence, soit une plus haute teneur en matières extractibles, une paroi cellulaire plus épaisse et un rapport bois d'été sur bois de printemps élevé. Donc, pour faciliter l'utilisation potentielle dans l'industrie des pâtes mécaniques, nous proposons un nouveau procédé de mise en pâte mécanique combinant un raffinage sélectif et un traitement chimique sur les fibres longues comme processus alternatif à la mise en pâte mécanique conventionnelle du pin gris. Un tamis sous pression muni d'un panier à trous lisses de 0,25mm de diamètres en deux stades a été utilisé pour fractionner la pâte primaire pour ainsi obtenir une fraction des fibres longues et une fraction des fibres courtes. À la fin, les fibres longues traitées chimiquement ont été mélangées avec les fibres courtes non-traitées pour reconstituer la pâte initiale. Au cours de cette recherche, trois séries d'expériences indépendantes en usine pilote sont été effectuées.

Dans cette thèse, pour mieux comprendre l'application du raffinage sélectif au pin gris et le mécanisme de raffinage correspondant, plusieurs séries des expériences ont été effectuées. Nous avons tout d'abord étudié la faisabilité d'un raffinage sélectif de pin gris et comparé les impacts de divers traitements chimiques sur le raffinage sélectif pour nous permettre de sélectionner le produit chimique le plus approprié au pin gris. Par la suite, pour maximiser les avantages en minimisant les désavantages du raffinage sélectif avec traitement chimique, l'optimisation du traitement chimique s'est poursuivie pour obtenir les conditions optimales de traitement chimique et mieux cerner les effets des variables sur l'énergie de raffinage et les propriétés des feuilles et des fibres. Finalement, diverses pâtes mécaniques produites par un raffinage sélectif et un raffinage de la pâte entière ont été comparées au

niveau de l'énergie spécifique de raffinage, des propriétés physiques et optiques des feuilles, ainsi que des propriétés de surface des fibres.

Les résultats des essais préliminaires montrent que le procédé de raffinage sélectif convient au pin gris pour produire une pâte mécanique acceptable. Par rapport au raffinage de pâte entière, un raffinage sélectif peut faciliter le développement des fibres. De plus, un raffinage sélectif avec traitement chimique, principalement la sulfonation, produit une pâte avec une meilleure résistance à la traction due à l'introduction de groupements acides plus nombreux, tout en consommant moins d'énergie de raffinage.

Après l'optimisation des conditions de sulfonation des fibres longues avant un raffinage sélectif, des modèles mathématiques ont été établis, pour évaluer l'impact des variables reliées à la sulfonation sur l'énergie de raffinage, sur les caractéristiques des fibres et les propriétés des feuilles au cours du raffinage sélectif du pin gris. À l'aide de ces modèles, les conditions optimales de sulfonation sur les fibres longues avant un raffinage sélectif ont aussi été déterminées, soit 4% de charge en sulfite de sodium, 30 minutes de temps de sulfonation et un pH de 11 à une température de 130°C. Sous ces conditions, les résultats prédits par les modèles montrent généralement une bonne corrélation avec les valeurs expérimentales.

Pour la production de pâte thermomécanique et de pâte chimico-mécanique, la réduction d'énergie du raffinage peut être réalisée par un raffinage sélectif au lieu d'un raffinage sur la pâte entière. La réduction semble associée à la force plus intense qui est appliquée sur les fibres longues qui ne bénéficient pas de la protection des fibres courtes durant le raffinage sélectif. Le raffinage sélectif peut produire des pâtes avec des propriétés physiques supérieures mais une blancheur inférieure par rapport au raffinage de la pâte entière, sauf pour la PCTM à partir de copeaux sulfonés. Cela pourrait être dû aux fibres plus flexibles et conformables, supporté par le fait que ces pâtes ont une plus haute valeur de rétention d'eau et une masse linéique des fibres plus basse durant le raffinage sélectif, ce qui facilite l'épluchage et la rupture des fibres en maintenant la longueur des fibres.

L'analyse de surface des fibres par SPX indique que le raffinage sélectif peut produire une pâte avec un plus haut rapport oxygène sur carbone en exposant plus de cellulose et/-ou d'hémicellulose et avec moins de couverture de surface par les matières extractibles en comparaison au raffinage de la pâte entière, ce qui rend les fibres plus hydrophiles. L'observation par MEB confirme que le mécanisme de développement des fibres entre un raffinage sélectif et un raffinage sur la pâte entière est différent. Pour le raffinage sélectif, la rupture et la scission axiale des fibres sont plus évidentes; toutefois, la délamination des fibres s'observe fréquemment lors du raffinage de pâte entière pour enlever la couche de la lamelle mitoyenne.

Mots clés : Pin gris, Fibres longues, Fractionnement, Traitement chimique, Tamis sous pression, Raffinage sélectif, Raffinage sur la pâte entière, Pâte mécanique, Sulfonation, Optimisation, Analyse de surface

Summary

Jack pine is one of the most widespread commercial tree species in Canada, however, for a long time, the utilisation of Jack pine in high-yield pulping has been limited because of such characteristics as high extractive content, high fibre wall thickness of summer wood and high summer/spring wood ratio, causing some well-known problems such as pitch deposits, high energy consumption and poor strength properties. In order to facilitate the potential utilisation in mechanical pulping industry, we propose a new mechanical pulping method combining selective refining with chemical treatment on the long fibres as one alternative process to the conventional mechanical pulping of Jack pine. The two-stage screen equipped with a 0.25mm smooth hole basket was used to separate thermomechanical pulp from primary-stage refining into long-fibres fraction and short-fibre fraction. At the end, the chemically treated long fibres were combined with the non-treated short fibres to rebuild the initial pulp.

In this thesis, three series of independent experiments were carried out to better understand the application of selective refining on Jack pine and the corresponding refining mechanism. The viability of selective refining on Jack pine was firstly evaluated; also, the comparison of different impacts from various chemical treatments on selective refining was performed to well select the chemical product which is more suitable to Jack pine. Subsequently, to maximize the advantages and to minimize the disadvantages of selective refining with chemical treatment, the optimization of chemical treatment was done to obtain the optimal conditions for the chemical treatment and to define the effects of independent variables on refining energy and paper properties. Finally, various mechanical pulps produced by selective refining and whole-pulp refining were compared in terms of specific refining energy, physical properties and optical properties as well as fibre surface properties to further identify the difference existing between the two refining processes.

The results of preliminary experiments show that selective refining could be used to produce acceptable Jack pine mechanical pulp. Compared to whole-pulp refining, selective refining can facilitate the development of fibres. Moreover, selective refining with chemical treatment, particularly pulp sulfonation, produces a pulp with a better tensile strength because of the introduction of more acidic groups into the fibres, while consuming less refining energy.

Through the optimization of sulfonation condition prior to selective refining of long fibres, mathematical models were set up to evaluate the impacts of sulfonation variables on refining energy, fibre characteristics and paper properties during selective refining of Jack pine. With these models, the optimal sulfonation conditions for Jack pine long fibres were determined: 4% of sodium sulfite, 30 minutes of sulfonation time and pH of 11 at the temperature of 130°C. Under these conditions, the results predicted by the models generally demonstrate a good correlation with the experimental results.

Both TMP and CTMP could be obtained by selective refining and whole-pulp refining, however, more reduction of refining energy can be achieved by using selective refining compared to whole-pulp refining. Such reduction could be associated with the more intense forces applied on long fibres under less protection of short fibres through the selective refining. In comparison to whole-pulp refining, selective refining can produce a pulp with higher physical strength and lower brightness than whole-pulp refining except for CTMP with sodium sulfite. This could be involved with more flexible and conformable fibres because of higher water retention value and lower coarseness by selective refining, which could be related to fibres' peeling-off and splitting without shortening the fibres.

Fibre surface analysis by XPS indicates that selective refining can produce a pulp with higher O/C values by exposing more cellulose and/or hemicellulose and less surface coverage of extractives in comparison to whole-pulp refining, which makes fibres more hydrophilic. The observation of MEB confirms that fibre development mechanism between selective refining and whole-pulp refining is different. For selective refining, the splitting and rupture along the axis of the fibres can be

observed more frequently; however, the delamination of fibres to remove the porous layer of middle lamella is more evident for whole-pulp refining.

Keywords: Jack pine, Long fibres, Fractionation, Chemical treatment, Pressure screen, Selective refining, Whole-pulp refining, Mechanical pulp, Sulfonation, Optimization, Surface analysis

Table des Matières

Remerciements	i
Résumé	ii
Summary	v
Table des Matières	viii
Liste des Figures	x
Liste des Tableaux.....	xiii
Liste des Équations	xvi
Liste des Abréviations.....	xviii
Chapitre 1 - Introduction.....	1
1.1 Fondement de la recherche	1
1.2 Problématique	1
1.3 Approche expérimentale	2
1.4 Objectif de la recherche	3
1.5 Organisation de la thèse	4
Chapitre 2 - Revue de la littérature	5
2.1 Caractéristiques et mise en pâte du pin gris.....	5
2.1.1 Caractéristiques du pin gris	5
2.1.1.1 Caractéristiques physiques du bois du pin gris	5
2.1.1.2 Caractéristiques chimiques du bois de pin gris	7
2.1.2 Mise en pâte du pin gris.....	9
2.1.2.1 Mise en pâte mécanique	9
2.1.2.2 Pâte chimico-mécanique	14
2.1.2.3 Traitements interstades.....	18

2.2	Fractionnement des fibres	20
2.2.1	Principe de base	20
2.2.1.1	Les types de fractionnement.....	20
2.2.1.2	Relations de base.....	25
2.2.2	Les applications du fractionnement des fibres.....	26
2.2.2.1	Les traitements après fractionnement.....	26
2.2.2.2	Applications du fractionnement	30
2.3	Traitement chimique des fibres.....	31
2.3.1	Traitement au peroxyde alcalin	32
2.3.2	Traitement au sulfite de sodium	33
2.3.3	Traitement par ozone	34
2.4	Résumé.....	34
Chapitre 3 - Influence sur les fibres longues de pin gris d'un raffinage sélectif après divers traitements chimiques		35
Chapitre 4 - Optimisation du raffinage sélectif à partir de fibres longues sulfonées de pin gris		70
Chapitre 5 - Caractéristiques de surface des fibres et propriétés de la pâte mécanique de pin gris lors du raffinage sélectif et raffinage entier		97
Chapitre 6 - Conclusions.....		119
Chapitre 7 - Recommandations pour la recherche future.....		122
Bibliographie.....		123

Liste des Figures

Figure 2.1	Les contraintes locales pourraient être formées à l'intérieur de nodules de fibres au point où les fibres à parois épaisses se croisent.....	14
Figure 2.2	Convention de représentation pour un tamis sous pression et un hydrocyclone	21
Figure 2.3	Les écoulements présents dans le procédé de tamisage	22
Figure 2.4	L'écoulement et les forces dans l'hydrocyclone	24
Figure 3.1	Simplified scheme of refining and fractionation procedure	41
Figure 3.2	Specific energy consumption of selective refining, whole-pulp refining and recombined pulp expressed as a function of freeness for various chemically treated and untreated pulps. (Original refers to the pulp without adding the short fibres; Mixture refers to the recombined pulp adding the short fibres in the grey area.)	46
Figure 3.3	Fibre length distributions by Bauer McNett fraction as a function of freeness during selective and whole-pulp refining after chemical or non-chemical treatments.....	48
Figure 3.4	Percentage increase in WRV of pulp after the treatments.....	49
Figure 3.5	Fibre cell wall thickness versus fibre coarseness during selective and whole-pulp refining.....	50
Figure 3.6	Percentage increase in the ratio of surface charge to total charge during refining	52
Figure 3.7	General schematic of the procedure composed of refining, fractionation, chemical treatment and blending used in this pilot scale experiment. The subscripts SS, AP, SB, PA refers to different chemical treatments	58
Figure 3.8	BMN fibre distribution of long-fibre fraction and short fibre-fraction after fractionation of primary refining pulp	60
Figure 3.9	Rejects (Pulmac 0.004") of pulp from various chemical treatments and levels of refining	61
Figure 3.10	Bulk of original and recombined pulps. (Original refers to the pulp without adding the short fibre. Mixture refers to the recombined pulp with the short fibres.).....	62

Figure 3.11	Roughness of original and recombined pulps (980 kPa of clamp pressure and soft head)	63
Figure 3.12	Tensile index of original and recombined pulps	64
Figure 3.13	Tear index of original and recombined pulps	64
Figure 3.14	Zero-span tensile strength of original and recombined pulps	65
Figure 3.15	Brightness of original and recombined pulps	66
Figure 3.16	Light scattering properties of original and recombined pulps	67
Figure 4.1	General process of fractionation and selective refining	75
Figure 4.2	Specific energy as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)	79
Figure 4.3	Tensile index as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)	80
Figure 4.4	Tear index as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)	80
Figure 4.5	Light scattering coefficient as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)	81
Figure 4.6	Contour profile plot for some optimum conditions as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)	82
Figure 4.7	Four responses as a function of dosage of sodium sulfite under different conditions. (C1: pH=11, Time=30 mins; C2: pH=11, Time=20 mins; C3: pH=7, Time=30 mins)	83
Figure 4.8	General procedure used to produce different pulps and their corresponding symbols in this experiment	87
Figure 4.9	Response surface of carboxylic group content as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at middle value (4%)	90
Figure 4.10	Response surface of sulfonic group content as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at middle value (4%)	91
Figure 4.11	Response surface of coarseness as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at middle value (4%)	91
Figure 4.12	Specific energy as a function of freeness for different chemimechanical pulping processes	92

Figure 4.13	Fibre distribution as a function of freeness for different chemimechanical pulping processes.....	93
Figure 4.14	Cell wall thickness as a function of freeness for different chemimechanical pulping processes.....	94
Figure 4.15	Sedimented volume of fines as a function of freeness for different chemimechanical pulping processes.....	95
Figure 5.1	Schematic illustration of mechanical pulping by selective refining and whole-pulp refining.....	104
Figure 5.2	Refining energy consumption of whole pulp refining and selective refining.....	108
Figure 5.3	Fibre length versus freeness for various pulps produced by selective refining and whole-pulp refining	109
Figure 5.4	Tensile strength of pulp produced by selective refining and whole-pulp refining	110
Figure 5.5	Tear strength of pulp from selective refining and whole-pulp refining.....	111
Figure 5.6	Brightness of pulp from selective refining and whole-pulp refining.....	112
Figure 5.7	Light scattering capability of pulp from selective refining and whole-pulp refining	113
Figure 5.8	Opacity of pulp from selective refining and whole-pulp refining	113
Figure 5.9	A typical XPS survey spectrum of CTMP _{LF} sample before acetone extraction	114
Figure 5.10	High resolution XPS spectra with component-fitted carbon 1s region for CTMP _{LF} before acetone extraction.....	115
Figure 5.11	SEM images showing surface morphology of fibres from selective refining and whole-pulp refining: The samples were from fraction R28 collected by BMN	117

Liste des Tableaux

Tableau 2.1	Caractéristiques physiques du pin gris et de l'épinette noire	6
Tableau 2.2	Caractéristiques chimiques du pin gris et de l'épinette noire	7
Tableau 2.3	Propriétés comparatives de la PMM et la PMR de pin gris.....	10
Tableau 2.4	Propriétés comparatives de la PTM de pin gris.....	11
Tableau 2.5	Propriétés comparatives de la PCTM de pin gris	15
Tableau 2.6	Propriétés comparatives des pâtes mécaniques et chimico-mécaniques de pin gris et d'épinette noire	16
Tableau 2.7	Propriétés comparatives de la PMPA de pin gris et d'épinette noire	17
Tableau 2.8	Propriétés comparatives de la pâte OPCO de pin gris.....	18
Tableau 2.9	Propriétés comparatives de la PTM-PA de pin gris	19
Table 3.1	Conditions and abbreviations	42
Table 3.2	Fibre distribution of each fraction after fractionation	44
Table 3.3	Fibre length of different pulp fractions.....	44
Table 3.4	Physical and optical properties of handsheets from whole pulp and reconstituted pulps.....	45
Table 3.5	Charge of fibres from selective refining and whole pulp	51
Table 3.6	Chemical treatment conditions and their corresponding acidic group content before selective refining (chemical treatments all at 30% consistency).....	59
Table 3.7	Comparative results from whole-pulp refined pulp and reconstructed pulp.....	68
Table 4.1	Experimental factors and response variables.....	76
Table 4.2	Statistical models for main response variables.....	78
Table 4.3	Predicted results and experimental results.....	83
Table 4.4	Experimental factors and level	88
Table 4.5	Physical and optical properties of handsheets for different chemimechanical pulping processes.....	96

Table 5.1	Sulfonation conditions and corresponding sulfonic groups of pulp, along with effluent liquid properties before and after sulfonation	105
Table 5.2	Oxygen/carbon atomic ratios (O/C) and surface coverage by lignin and extractives on fibres of different mechanical pulp.....	116
Tableau A.1	Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif sans traitement chimique	149
Tableau A.2	Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sur la pâte entière sans traitement chimique.....	150
Tableau A.3	Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif avec traitement au borohydrure de sodium.....	151
Tableau A.4	Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif avec traitement au peroxyde alcalin	152
Tableau A.5	Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif avec traitement au sulfite de sodium	153
Tableau A.6	Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif avec traitement à l'acide peracétique.....	154
Tableau B.1	Plan d'expériences pour l'optimisation	155
Tableau B.2	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 1)	156
Tableau B.3	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 2)	157
Tableau B.4	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 3)	158
Tableau B.5	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 4)	159
Tableau B.6	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 5)	160
Tableau B.7	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 6)	161
Tableau B.8	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 7)	162
Tableau B.9	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 8)	163

Tableau B.10	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 9)	164
Tableau B.11	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 10)	165
Tableau B.12	Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 11)	166
Tableau C.1	Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PTM des fibres longues produite par un raffinage sélectif	167
Tableau C.2	Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PTM produite par un raffinage de la pâte entière	168
Tableau C.3	Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PTM reconstituée par la PTM des fibres longues avec des fibres courtes.....	169
Tableau C.4	Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PCTM des fibres longues sulfonées produite par un raffinage sélectif	170
Tableau C.5	Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PCTM reconstituée par la PCTM des fibres longues avec des fibres courtes.....	171
Tableau C.6	Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PCTM des fibres entières sulfonées produites par un raffinage sur la pâte entière.....	172
Tableau C.7	Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PCTM des copeaux sulfonés produite par un raffinage sur la pâte entière	173

Liste des Équations

$R_v = \frac{Q_r}{Q_f}$	Équation 2.1 25
$R_w = \frac{M_r}{M_f} = \frac{Q_r C_r}{Q_f C_f}$	Équation 2.2 25
$T_R = \frac{C_r}{C_f} = \frac{R_w}{R_v}$	Équation 2.3 25
$\% \Delta WRV = (WRV_f - WRV_{ref}) / WRV_{ref}$	Equation 3.1 43
$Q = \frac{(V_c \times C_c) - (V_a \times C_a)}{M}$	Equation 3.2 43
Specific energy = 10.73 + 0.232X - 0.106Y - 0.11Z - 0.0132XY	Equation 4.1 77
Tensile index = 43.056 + 0.485X - 0.225Y + 0.975Z + 0.00847Y ²	Equation 4.2 77
Tear index = 7.12 + 0.503X + 0.0747Y + 0.042Z - 0.0002XY - 0.006YZ - 0.0007Y ²	Equation 4.3 77
Light scattering coeff. = 49.97 - 0.164X + 0.052Y - 0.475Z - 0.008XY	Equation 4.4 77
Carboxylic acid = 94.93 + 2.40(X - 9) + 0.0714(Y - 17) + 3.24(Z - 4) - 0.079(Y - 17)*(Z - 4) + 0.01(Y - 17) ²	Equation 4.5 89

$$\begin{aligned}
 \text{Sulfonic acid} = & 41 + 4.941(X - 9) + 0.132(Y - 17) \\
 & + 12.44(Z - 4) - 0.353(X - 9) \times (Z - 4) \\
 & - 0.0625(Y - 17) \times (Z - 4) + 0.021(Y - 17)^2 \\
 & + 0.616(Z - 4)^2
 \end{aligned}
 \quad \text{Equation 4.6 89}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Coarseness} = & 0.233 - 0.00138(X - 9) - 0.000224(Y - 17) \\
 & - 0.00184(Z - 4) - 0.000138(X - 9) \times (Y - 17) \\
 & + 0.00138(Z - 4)^2
 \end{aligned}
 \quad \text{Equation 4.7 89}$$

$$\phi_{\text{lignin}} = \frac{C1_{\text{extracted}} - 5}{49} \times 100\%
 \quad \text{Equation 5.1 107}$$

$$\phi_{\text{extractives}} = \frac{C1_{\text{unextracted}} - C1_{\text{extracted}}}{C1_{\text{extractives}} - C1_{\text{extracted}}} \times 100\%
 \quad \text{Equation 5.2 107}$$

Liste des Abréviations

UQTR	Université du Québec à Trois-Rivières
CEGEP	Collège d'Enseignement Général et Professionnel
CRML	Centre de Recherche sur les Matériaux Lignocellulosiques
CIPP	Centre Intégré en Pâtes de Papiers
CRSNG	Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (NSERC)
ATPPC	Association Techniques des Pâtes et Papiers du Canada (PAPTAC)
TAPPI	Association Technique de l'Industrie des Pâtes et Papiers (États-Unis)
MEB	Microscopie Électronique à Balayage (SEM)
SPX	Spectroscopie de Photoélectrons de Rayon X (XPS)
BP	Bois de Printemps
BE	Bois d'Été
PTM	Pâte Thermomécanique (TMP)
PMM	Pâte Mécanique de Meule
PMR	Pâte Mécanique de Raffineur
PCTM	Pâte Chimico-Thermomécanique (CTMP)
PCM	Pâte Chimico-Mécanique
PMPA	Pâte Mécanique au Peroxyde Alcalin (APMP)
OPCO	Processus de Sulfonation interstade développé par Ontario Paper Co.
PTM-PA	Pâte Thermomécanique avec traitement interstade au Peroxyde Alcalin (AP-TMP)
QPY	Séquence de blanchiment par chélation, peroxyde et hydrosulfite
MOW	Vieux Papier Mélangé de Bureau (Mixed Office Waste Paper)
OCC	Pâte de caisses de carton recyclées
SC	Papier Supercalandré
LWC	Papier couché léger (Light Weight Coated)
CSF	Canadian Standard Freeness
FQA	Appareil d'analyse optique des fibres (Fiber Quality Analyzer)
MWT	Appareil d'analyse d'épaisseur de paroi (MorFi Wall Thickness)
WRV	Valeur de rétention d'eau (Water Retention Value)
DADMAC	Diallyl Dimethyl Ammonium Chloride
Pes-Na	Anionic Sodium Polyethylene Sulphate
IMPC	International Mechanical Pulping Conference
TOC	Total Organic Carbon
BMN	Bauer McNett
O/C	Oxygen/Carbon atomic ratios

Chapitre 1 - Introduction

1.1 Fondement de la recherche

Le pin gris (*Pinus banksiana* Lamb.) est l'une des essences commerciales les plus répandues au Canada [1]. Sa présence s'étend depuis la nouvelle Écosse jusqu'au Nord de l'Alberta et vers la région des Grands lacs, aux États-Unis. Chez les pins, le pin gris est le plus important et représente 20,4% de tout le volume de bois résineux. Son volume est presque le double de celui de l'épinette noire (12%). Le pin gris croît plus rapidement que les autres conifères; il offre une grande résistance aux maladies en plus d'être l'unique essence pouvant croître à partir de cônes. Le pin gris répond bien aussi aux nutriments [2], il est donc l'une des principales espèces sélectionnées en sylviculture [3, 4]. Actuellement, la plupart des plantations de pin gris sont matures ou sur-matures. De plus, en raison de ses caractéristiques spéciales, son taux actuel d'exploitation est bas car le pin gris est une espèce très peu appréciée des usines de pâtes et papiers. Il devient donc de plus en plus abondant. Depuis des années, les résineux traditionnels, tels que l'épinette noire et le sapin, sont utilisés comme essences de premier choix pour produire les pâtes mécaniques, en raison du fait qu'elles présentent une excellente combinaison de propriétés telles que des indices de rupture et de déchirure, une blancheur et un coefficient de diffusion élevés, ce qui entraîne que la disponibilité économique des espèces traditionnelles est en diminution rapide [5]. Avec la décroissance des populations de sapins et d'épinettes, il devient nécessaire d'utiliser d'autres ressources forestières comme le pin gris [6]. Il est donc probable que le pin gris devienne une source d'approvisionnement de plus en plus utilisée dans les usines de pâtes et papiers dans l'avenir [7].

1.2 Problématique

Les problèmes associés à l'utilisation du pin gris sont bien connus des papetiers. Les pâtes de pin gris ont des propriétés de résistance et une blancheur inférieures à celles de l'épinette noire et leur utilisation mène souvent à des problèmes de poix dans les usines. Les fibres de pin gris ont une paroi cellulaire épaisse et une rigidité importante. Le pin

gris a besoin d'une plus grande quantité d'énergie de raffinage que l'épinette noire pour arriver à un indice d'égouttage donné malgré le fait que le développement des propriétés de liaison demeure moindre [8, 9, 10, 11]. Sa haute teneur en matières extractibles, en majorité des acides gras et résineux, cause les problèmes de poix sur les machines à papier, ce qui entraîne des problèmes de formation et des casses plus fréquentes. La blancheur de la pâte de pin gris est inférieure par rapport à celle du mélange sapin-épinette. Ces problèmes empêchent son utilisation dans le secteur papetier. Dans les pâtes mécaniques, l'utilisation de pin gris est habituellement limitée à moins de 20% pour la plupart des usines [1]. La littérature rapporte le cas d'une usine où une proportion plus haute de pin gris est utilisé [12]. Comme une grande quantité de pin gris est présentement disponible en plantation, la mise au point d'un procédé capable de produire une pâte de pin gris acceptable au point de vue énergétique et de bonne qualité, tout en évitant le problème de poix, aurait un impact important sur l'approvisionnement en bois au cours des prochaines décennies [13].

1.3 Approche expérimentale

Considérant les caractéristiques du pin gris, plusieurs facteurs qui agissent sur sa mise en pâte mécanique devront être envisagés afin d'améliorer les propriétés finales de la pâte de pin gris, soit l'énergie spécifique de raffinage appliquée et son intensité, le ramollissement de la paroi des fibres et l'enlèvement des matières extractibles. Nous proposons comme solution potentielle un raffinage sélectif des fibres longues avec prétraitement chimique.

Le procédé est basé sur l'étude du fractionnement des fibres de pin gris après le premier stade de raffinage et au développement subséquent de ces fractions. Selon le mécanisme de raffinage proposé par Karnis [14], le processus de mise en pâte mécanique se compose principalement de deux stades : la séparation des fibres et le développement des fibres. Pour la pâte thermomécanique, la séparation et le relâchement de la lamelle mitoyenne se produisent principalement au cours du premier stade de raffinage. À ce stade, les fines sont principalement de forme floconneuse car elles proviennent de la lamelle mitoyenne et de la paroi primaire. Ce type de fibres possède alors une haute teneur en lignine.

Après la première étape de raffinage, les fibres suffisamment séparées mais pas encore bien développées peuvent être fractionnées avec des tamis sous pression suivant le procédé développé par notre groupe précédemment [15]. Ce procédé permet d'obtenir deux fractions : une fraction de fibres longues et une fraction de fibres courtes. La fraction de fibres courtes qui contient principalement des fines floconneuses avec une haute teneur en lignine et un fort potentiel de diffusion de la lumière, contribue essentiellement à certaines propriétés optiques plutôt qu'aux propriétés physiques, mais consomme plus d'agents enzymatique ou chimique en raison d'une plus grande accessibilité lors du traitement de la pâte entière. Donc, les traitements qui ciblent la fraction de fibres longues sont adoptés pour bien développer les fibres longues dans le raffinage subséquent sans perdre les avantages apportés par les fibres courtes. Après les divers traitements, les fibres subissent un raffinage. Dans cette partie, on va évaluer le développement des fibres raffinées par un raffinage sélectif et un raffinage de la pâte entière; également nous allons étudier l'impact du traitement sur les caractéristiques physico-chimiques et superficielles des fibres ainsi que les propriétés des pâtes. Finalement, les pâtes provenant de la fraction de fibres longues seront mélangées avec les fibres courtes de façon à reconstituer la pâte dont les propriétés seront comparées avec celles de la pâte entière raffinée.

1.4 Objectif de la recherche

Comme mentionné ci-dessus, les caractéristiques spéciales du pin gris, soit une plus haute teneur en matières extractibles et une paroi cellulaire plus épaisse, limitent son utilisation dans l'industrie de papetière. Dans le but de réduire la consommation d'énergie de raffinage et d'améliorer les propriétés des pâtes, l'objectif général de cette étude est de faciliter l'utilisation de cette essence dans les usines. Dans cette étude, plusieurs objectifs plus spécifiques seront visés.

- Le premier objectif est de déterminer la différence de propriétés des pâtes de pin gris produites par un raffinage de la pâte entière ou par un raffinage sélectif.

- Le deuxième objectif est d'évaluer le potentiel à réduire d'énergie du raffinage de pin gris par combiner le raffinage sélectif avec les traitements chimiques sur les fibres longues.
- Le troisième objectif est d'investiguer l'influence d'un traitement chimique sur les propriétés physiques et optiques de la pâte mécanique produit par le raffinage entier et le raffinage sélectif.
- Le quatrième objectif est d'étudier les propriétés physiques-chimiques et les caractéristiques superficielles des fibres à la suite de divers traitements et d'évaluer l'effet de ces traitements sur les propriétés physiques des pâtes.

1.5 Organisation de la thèse

Cette thèse se compose de sept parties. Le chapitre 1 inclut l'introduction, l'objectif de recherche et l'organisation de la thèse. Le Chapitre 2, la revue de la littérature au niveau des caractéristiques et de la mise en pâte du pin gris, du fractionnement des fibres et des traitements chimiques sur les fibres. Du chapitre 3 au Chapitre 5, les résultats de cette étude sont présentés, sous forme de cinq articles publiés dans des journaux scientifiques ou présentés lors de conférences (voir Annexe D). Finalement, la conclusion et les recommandations pour orienter de futures recherches se trouvent respectivement aux Chapitre 6 et 7.

Chapitre 2 - Revue de la littérature

2.1 Caractéristiques et mise en pâte du pin gris

2.1.1 Caractéristiques du pin gris

Les caractéristiques intrinsèques des fibres d'une essence donnée jouent un rôle important en déterminant la qualité de la pâte [16]. Comparé aux espèces traditionnelles dans les usines de mise en pâtes, tels que le sapin et l'épinette noire, les caractéristiques chimiques et physiques du pin gris, telles qu'une plus haute teneur en matières extractibles et une paroi cellulaire plus épaisse, font qu'il demeure une essence indésirable dans la mise en pâte mécanique.

2.1.1.1 Caractéristiques physiques du bois du pin gris

Les caractéristiques physiques du pin gris et de l'épinette noire sont comparées dans le tableau 2.1. L'aubier du pin gris est relativement blanc et semblable à celui de l'épinette noire; son duramen est rougeâtre, comparé à blanc jaunâtre pour celui de l'épinette noire [17] et présente une blancheur de surface plus faible pour le pin gris [18]. La différence de couleur est le premier signe qu'une différence existe dans la composition chimique entre les deux espèces.

Le pin gris a une densité spécifique légèrement supérieure à celle de l'épinette noire, car il a un plus haut pourcentage (60%) [19] de bois d'été avec une paroi cellulaire plus épaisse que celle de l'épinette noire [17, 20, 21, 22]. Ces propriétés contribuent à une rigidité des fibres plus élevée [6] et à une plus grande résistance du bois de pin gris [7] comparée au bois d'épinette noire. Elles peuvent aussi entraîner une plus forte demande énergétique lors du raffinage du pin gris. Le pourcentage élevé de fibres grossières du pin gris rend également la PTM de pin gris inférieure en propriétés de résistance par rapport à l'épinette noire [23]. La recherche indique que le comportement lors du raffinage et la qualité des pâtes de pin gris peut être améliorées par le prétraitement chimique, mécanique et biologique [1].

Tableau 2.1 Caractéristiques physiques du pin gris et de l'épinette noire

	Pin gris	Épinette noire	Réf.
Couleur			
Aubier	Blanc	Blanc	[17]
Duramen	Rougeâtre	Blanc jaunâtre	[17]
Blancheur du bois, %	40,4	42,3	[18]
Densité (sec), g/cm ³	0,46	0,45	[17]
Pourcentage du bois d'été, % en masse	60	50	[19]
Canaux résinifères	Présents	Présents	[18]
Thylloïde	Duramen	Duramen	[18]
Trachéïdes			
Longueur, mm	3,5	3,5	[17]
Diamètre, µm	28-40	25-30	[17]
Masse linéique, mg/100m	18,0	15,8	[17, 21]
Épaisseur de la paroi, µm			
Bois de printemps	2,12	1,0	[17, 19]
Bois d'été	4,75	3,5	[17, 19]
Bois de printemps (calculé)	5,5	4,6	[21]
Bois d'été (calculé)	9,7	6,9	[21]
Ratio de flexibilité			
Bois de printemps	0,77	0,82	[21]
Bois d'été	0,39	0,51	[21]
Coefficient de rigidité			
Bois de printemps	1,2	1,1	[21]
Bois d'été	3,2	2,9	[21]
Résistance au cisaillement, lb/po ² (// au grain)	840	790	[22]
Résistance au clivage, lb/po. de largeur	200	180	[22]
Résistance en tension, lb/po ² (⊥ au grain)	350	320	[22]

2.1.1.2 Caractéristiques chimiques du bois de pin gris

Les compositions chimiques du pin gris et de l'épinette noire sont montrées au tableau 2.2. Il existe quelques différences mineures entre les principaux composants chimiques du bois de pin gris, telles que la lignine, l'hémicellulose et la cellulose, par rapport à celui de l'épinette noire [17, 24]. Cependant, ces différences ne posent pas de problèmes particuliers dans plusieurs procédés de mise en pâte.

Tableau 2.2 Caractéristiques chimiques du pin gris et de l'épinette noire

	Pin gris	Épinette noire	Réf.
Lignine, %	27,6	26,9	[24]
Pentosane, %	10,6	8,9	[24]
Holocellulose, %	69,7	73,3	[24]
Cellulose Cross-Bevin	59,5	57,2	[24, 18]
Solubilité dans, %			
Eau froide	1,7	1,3-2,5	[24]
Eau chaude	2,8	2,5-4	[24]
1% NaOH	12,7	13-15	[24]
Alcool benzène	2,9	2,2	[24]
Éther	1,58	0,47	[21]
Méthanol	3,01	1,57	[21]
Acétone	8,1	---	[25]
Dichlorométhane (DCM)	2,0	1,0	[19]
Cendres, %	0,16	0,22	[24]

La distinction la plus marquée pour le pin gris, en comparaison avec l'épinette noire (Tableau 2.2) est que le pin gris a un contenu en matières extractibles plus élevé dans les solvants organiques. Pour un échantillon donné, la quantité de matières extractibles varie selon le type de solvants utilisés [21], la position des constituants dans le bois, y compris entre le duramen et l'aubier [25, 26], l'âge de l'arbre, les conditions de croissance ainsi que d'autres facteurs génétiques et environnementaux [27]. Selon le rapport de Sinclair

[25], la principale différence entre les matières extractibles du duramen et celles de l'aubier du pin gris est la présence moindre de flavanone et de groupes phénoliques plus simples dans l'aubier. La flavanone est le principal agent qui cause la coloration jaunâtre (réversion) de la pâte de pin gris [28].

Dans le bois, la résine existe en deux lieux : soit dans les cellules de parenchyme (axiaux et de rayons) ou de canaux résinifères (radiaux et verticaux) [27]. Pendant le raffinage du premier stade de mise en pâte thermomécanique, la structure du bois définie par les cellules natives est détruite, ce qui permet la libération des matières extractibles qui sont encapsulées dans les canaux résinifères et les cellules de parenchyme [29]. Dans l'usine de pâtes et papiers, les matières extractibles, particulièrement les composés lipophiliques dont les acides gras libres, les acides résineux, les cires, les alcools, les stérols, les esters de stérols, les glycérides cétones et autres, peuvent causer des problèmes de production et des problèmes environnementaux en raison de leur basse solubilité dans l'eau résultant en une déposition de poix [30, 31]. Les matières extractibles libérées pendant le procédé sont redistribuées sur la surface des fibres, ce qui affecte négativement la quantité d'énergie de raffinage requise au premier stade [32]. Les liaisons inter-fibres sont aussi influencées par la présence de matières extractibles sur la surface des fibres [33, 34]. Dans le fonctionnement des machines à papier, la poix provenant des matières extractibles est une source importante de problèmes incluant les taches et les trous dans le papier, les casses et autres arrêts des machines à papier [35]. En outre, le besoin croissant d'une recirculation de l'eau dans les usines de pâte amène une augmentation de la concentration en poix. Par ailleurs, certaines matières extractibles du bois pourraient avoir un impact dangereux pour l'environnement lors de la mise en pâtes et même devenir la principale source de toxicité pendant le blanchiment sans chlore libre [36, 37].

2.1.2 Mise en pâte du pin gris

2.1.2.1 Mise en pâte mécanique

2.1.2.1.1 Meules

Le pin gris, comparé à l'épinette noire, produit une pâte de meule avec des propriétés mécaniques plus faibles, une couleur plus foncée et un contenu en poix plus élevée, ce qui réduit son utilisation dans les usines de meules.

Selon le rapport de Paterson [38], la fibre de pâte de meule de pin gris est plus grossière que celle d'épinette noire, produit sous les mêmes conditions; et sa résistance est plus basse au même niveau d'indice d'égouttage. Pour obtenir une pâte de pin gris moins grossière et une résistance plus acceptable, la meule doit avoir une surface moins tranchante et une pressurisation hydraulique plus basse doit être utilisée, comparativement à l'épinette noire. Donc il est nécessaire de consommer plus d'énergie pour faire la pâte de meule de pin gris. Ces résultats sont confirmés par la recherche de Hyttinen [39] qui a aussi effectué des expériences sur la pâte de meule de pin gris. Dans une autre étude sur l'effet de la pressurisation sur les propriétés de la pâte de pin gris, Atack et al. [40] trouvent que, pour un même niveau d'énergie spécifique, la résistance en tension des pâtes de meule pressurisées ou conventionnelles, est environ 60% de celle d'une pâte de meule d'épinette noire. Leurs résultats montrent aussi que l'énergie nécessaire est deux fois plus élevée que pour l'épinette noire. Ils notent cependant que la pâte de pin gris produit à haute température contient une grande quantité de fibres longues entraînant une augmentation de l'indice de déchirure du papier produit. La faible liaison inter-fibres des pâtes mécanique de pin gris est due à la présence de poix et à la morphologie particulière des fibres. La poix sur la fibre fonctionne comme un lubrifiant pour réduire la liaison inter fibres et bloquer les sites réactionnels à la surface des fibres [41, 42]. D'après Brandal [41], une façon d'améliorer les propriétés de résistance de la pâte tel que l'indice rupture, l'indice d'éclatement et l'indice de déchirure, consiste à enlever la poix par un solvant organique. Cependant, ce moyen ne réussit pas dans une autre recherche menée par Tay et al. [21].

Tableau 2.3 Propriétés comparatives de la PMM et la PMR de pin gris [43]

	Pin gris		Épinette noire	
	PMM	PMR	PMM	PMR
Indice d'égouttage, mL	100	145	115	124
Indice de rupture, N·m/g	22,6	25,5	28,4	47,2
Indice d'éclatement, kPa·m ² /g	0,78	0,98	1,18	2,65
Indice de déchirure, mN·m ² /g	4,31	6,77	5,69	9,41
Blancheur, ISO%	57,0	56,0	61,0	58,8

2.1.2.1.2 Mise en pâte mécanique de raffineur

L'étude comparative des pâtes mécaniques de raffineur (PMR) à partir de copeaux de pin gris et d'épinette ou un mélange de sapins et d'épinette ont rarement été faites. Beath et Mihelich [23] relèvent que la pâte mécanique de raffineur de copeaux de pin gris possède des propriétés de résistance inférieures à celles de planures d'un mélange sapin/épinette; même en appliquant 4,4% (base sèche) de sulfite de sodium et 1,1% d'hydroxyde de sodium aux copeaux. Il se produit une amélioration significative des propriétés mécaniques de la pâte de pin gris, lesquelles demeurent néanmoins plus faibles que celles d'une pâte de sapin/épinette traitée avec 4,7% de sulfite de sodium seulement. Tay et Machester [21] ont comparé une PMR à celle de l'épinette et trouvent que les pâtes de pin gris ont un indice d'égouttage et un bouffant plus élevés mais des propriétés de résistance plus faibles. D'un autre côté, Hatton et Johal ont fait l'étude d'une PMR à partir de bois de deuxième éclaircie de pin gris [44]. Ils trouvent que lors de la mise en pâte de raffineur, les fibres de bois mature étaient régulièrement plus longues que celles de bois juvénile et donnaient aussi une plus forte résistance aux feuilles pour tous les indices d'égouttage dans la gamme de 50 à 300 mL CSF. Comparé à la pâte de bois juvénile, la pâte de bois mature possède des propriétés de rupture et déchirure supérieur, mais des propriétés de diffusion de la lumière inférieure.

2.1.2.1.3 Mise en pâte thermomécanique

Il est généralement reconnu que les espèces d'épinettes sont les matières les plus favorables pour la fabrication de la pâte thermomécanique qui est le principal procédé de mise en pâte mécanique nord-américain. Comme mentionné ci-dessus, les chercheurs menaient l'étude sur la mise en pâte de pin gris pour accroître l'approvisionnement en bois en raison d'une disponibilité insuffisante de l'épinette.

Les résultats de Jossart et al. [8], montrent (Tableau 2.4) que, comparée à une PTM d'épinette noire, une pâte thermomécanique de pin gris consomme 25 à 50% plus d'énergie spécifique pour un même indice d'égouttage de façon à améliorer la fibrillation et flexibilité de fibres de pin gris. Toutes les propriétés de résistance, à l'exception de l'indice de déchirure (30% inférieures), étaient 35% inférieures à celles de l'épinette noire. Malgré que la teneur en matières extractibles soit plus élevée pour le pin gris, la blancheur des pâtes produites à partir du pin gris et de l'épinette noire est semblable lorsque les copeaux sont frais.

Tableau 2.4 Propriétés comparatives de la PTM de pin gris

	Pin gris	Épinette noire
	PTM	PTM
Indice d'égouttage, mL	150	150
Énergie spécifique, MJ/kg	11,1	8,55
Indice de rupture, N·m/g	33,9	36,2
Indice d'éclatement, kPa·m ² /g	1,85	2,25
Indice de déchirure, mN·m ² /g	10,04	12,60
Blancheur, ISO%	55,9	58,2
Opacité, %	94,2	94,2

Laliberté et al. [11] ont fait des essais pilotes avec du pin gris et de l'épinette noire. Ils ont aussi trouvé des propriétés de rupture et d'éclatement faibles mais une déchirure plus forte pour le pin gris que pour l'épinette, comme montré au Tableau 2.5. En même temps, en utilisant des copeaux de scierie, lesquels contiennent principalement de

l'aubier avec un contenu en matières extractibles plus faible, ils observent que la PTM de pin gris obtenu montre une blancheur de trois points supérieure à celle de l'épinette. Ceci démontre l'avantage d'utiliser des copeaux de scierie ou des copeaux d'arbres entiers à courte rotation récoltés avant la formation massive de duramen [13]. Récemment, Miles et Omholt ont effectué des essais en usine pilote de pâte thermomécanique de pin gris, y compris l'analyse des propriétés de la fibre [45]. Ils concluent que le pin gris contient des fibres grossières, même dans le bois initial, et un contenu en matières extractibles plus élevé, ce qui le rend plus difficile à absorber l'énergie et à se développer sans réduire l'intensité habituelle de raffinage comparativement à l'épinette. Par conséquent, l'indice de rupture du pin gris est plus bas que celle d'épinette noire. Pour des indices d'égouttage plus bas, les coefficients de diffusion de la PTM de pin gris montent au-delà des valeurs de l'épinette noire.

En raison des problèmes sérieux dus à la structure particulière de la fibre ainsi que du contenu en matières extractibles élevé du pin gris dans le procédé, le mélange de pin gris avec d'autres essences plus appréciées par l'industrie a été effectué afin de produire la pâte avec les propriétés acceptables. Dans quelques usines de PTM, le pin gris peut être mélangé avec de l'épinette, du sapin baumier et/ou du tremble [46, 47]. Laliberté et al. [11] montrent que l'incorporation de pin gris jusqu'à 20% n'affecte pas la consommation d'énergie ou l'indice d'égouttage, mais l'addition de pin gris réduit la force en tension du papier. Cependant, Amiri et al. [48] trouvent que le risque de peluchage de la feuille va en augmentant lorsque l'on ajoute du pin gris. Toutefois, en utilisant une charge faible de peroxyde alcalin, d'autres chercheurs ont augmenté le taux de remplacement du pin gris jusqu'à 40% et aussi amélioré significativement les propriétés de la pâte [49].

La variation de morphologie des fibres entre le bois de printemps (BP) et le bois d'été (BE) chez les résineux influence les propriétés des PTM [50]. Dans la PTM de conifère, la plupart des fibres longues viennent de fibres à parois épaisses de BE [51]. Ces fibres longues ont un pauvre potentiel de liaison inter fibres, ce qui produit des feuilles avec des indices de rupture et d'éclatement bas [52]. Law et al. [53] se sont concentrés sur le raffinage du BP et du BE de pin gris afin de comprendre la réponses au raffinage de ces

deux types de bois. Ils ont trouvé que le bois de printemps a besoin de plus d'énergie que le bois d'été pour atteindre un même indice d'égouttage. En même temps, la pâte de BP est inférieure à celle de BE jusqu'à ce que l'énergie de raffinage grimpe à presque 13,3 MJ/kg. Cependant, à un indice d'égouttage de 100 mL, la pâte de BP montre un meilleur indice de rupture (45 N·m/g) que celle de BE (40 N·m/g). Par rapport à la pâte de BP, la pâte de BE manifeste un indice de déchirure supérieure et un coefficient de diffusion de la lumière inférieur. Sous des températures différentes de raffinage, les deux types de bois se comportent différemment : Pour le raffinage à haute température, le BP produit moins de rejets que le BE; l'indice de rupture du BP baisse considérablement tandis que celui du BE varie peu [54]. À l'aide d'analyses microscopiques, Huang et al. [19] ont observé les changements morphologiques des fibres de BP et BE de pin gris et trouvé qu'en comparaison avec les fibres de BP, les fibres à paroi épaisse de BE se développent mieux en surface et génère plus de fibrillations externes. De plus, au cours du raffinage, les fibres à parois minces de BP sont moins résistantes aux forces mécaniques et subissent alors plus de coupures en longueur. En outre, le BP, à paroi plus mince et lumen plus large, manifeste un degré d'aplatissements et de conformabilité plus grand que le BE.

Concernant les théories de mise en pâte thermomécanique de pin gris, quelques études sont déjà faites. Lors des essais sur l'influence de températures de 120°C et 160°C lors du premier stade de raffinage sur la morphologie des fibres et sur les propriétés des papiers produits avec du pin gris, Huang et al [55] prouvent que, pour un même indice d'égouttage, le raffinage à 160°C nécessite 12 à 17% moins d'énergie spécifique, et que les pâtes à haute température montrent des fines ayant une surface spécifique plus grande pour une même quantité. De plus, il n'y a pas de différence significative au niveau de l'indice de rupture ni de la rugosité des pâtes produites à ces deux températures. Selon l'étude entreprise sur l'impact de l'énergie et de l'intensité de raffinage sur les fractions de fibres de pin gris dont les fibres longues, moyennes et courtes ainsi que les fines [56], les fibres longues acceptent bien une forte intensité, ce qui permet de les développer avec moins d'énergie. Par contre, les fibres courtes requièrent beaucoup d'énergie à faible intensité pour se développer. De plus, leur potentiel de développement est restreint. Law et al. [10] ont évalué les caractéristiques

des fibres de pin gris pendant le raffinage. Les résultats montrent que les fibres de pin gris étaient plus susceptibles de se briser et se casser que les éléments courts et grossiers plutôt que de se développer comme composant flexible sous les contraintes de cisaillement et de compression lors du raffinage. L'une des différences les plus significatives entre l'épinette noire et le pin gris est que le premier a plus de fraction de fibres longues (R14+R28) et moins de fibres courtes et de fines. Tel qu'expliqué par Miles [45], la raison possible pour cette forte tendance du pin gris à s'écourter pendant le raffinage est que les fibres à parois épaisses, avec un faible potentiel de déformation, créent des points de fortes contraintes locales où les fibres à parois épaisses se croisent, comme montré à la Figure 2.1.

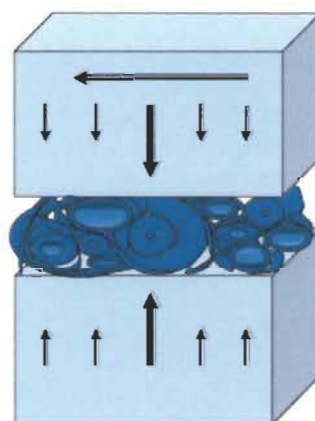


Figure 2.1 Les contraintes locales pourraient être formées à l'intérieur de nodules de fibres au point où les fibres à parois épaisses se croisent

2.1.2.2 Pâte chimico-mécanique

La matrice du bois peut être chimiquement modifiée pour ramollir le bois et produire plus de sites fonctionnels tel que les groupements sulfoniques et carboxyliques pour ainsi procurer de meilleures propriétés des pâtes. Le ramollissement et la dissolution de la lignine ainsi que la désacétylation, l'hydrolyse partielle et dissolution des carbohydrates vont affaiblir la lamelle mitoyenne et paroi primaire [57, 58], ce qui influence la défibration et le développement des fibres lors du raffinage subséquent, pour ainsi changer les propriétés de surface des fibres et de la lignine dans la paroi cellulaire.

Il y aura donc une augmentation de la flexibilité et de l'aplatissement des fibres qui sont essentiels aux liaisons inter fibres.

2.1.2.2.1 Mise en pâte chimico-thermomécanique

La pâte chimico-thermomécanique (PCTM) consiste en un prétraitement des copeaux avec une basse concentration d'agent chimique suivi d'un raffinage pressurisé.

Laliberté et al. [11] ont trouvé que l'épinette répond mieux à la sulfonation que le pin gris. Avec une sulfonation de 0,5% et 150 mL d'indice d'égouttage, le pin gris consomme plus d'énergie spécifique et produit des pâtes avec un bouffant plus élevé, ainsi que des résistances à la rupture et à l'éclatement plus faibles, mais accompagnées d'une déchirure plus élevée, tel que montré au Tableau 2.5.

Tableau 2.5 Propriétés comparatives de la PCTM de pin gris

	Pin gris		Épinette noire	
	PTM	PCTM	PTM	PCTM
Contenu en groupements sulfoniques, %	0	0,5	0	0,5
Indice d'égouttage, mL	150	150	150	150
Énergie spécifique, MJ/kg	11,2	12,3	9,7	10,4
Bouffant, cm ³ /g	3,37	3,25	3,41	3,16
Indice de rupture, N·m/g	34,3	38,3	36,3	44,1
Indice d'éclatement, kPa·m ² /g	2,2	2,3	2,3	2,8
Indice de déchirure, mN·m ² /g	9,1	9,7	8,8	9,6
Blancheur, ISO%	57,1	61,9	53,3	59,5
Opacité, %	91,4	87,5	94,3	90,6

Une comparaison des propriétés des pâtes mécaniques et chimico-mécaniques de pin gris et d'épinette noire a été faite par Barbe et al. [7]. Ils ont constaté que la sulfonation du pin gris produit une pâte avec des propriétés de résistance comparables à celles de pâtes PTM d'épinette mais que plus d'énergie spécifique est requise (Tableau 2.6).

Tableau 2.6 Propriétés comparatives des pâtes mécaniques et chimico-mécaniques de pin gris et d'épinette noire

	Pin gris		Épinette noire
	PTM	PCTM	PTM
Indice d'égouttage, mL	150	150	150
Énergie de raffinage, MJ/kg	10,8	12,6	8,55
Indice de rupture, N·m/g	23,5	38,3	36,3
Indice d'éclatement, kPa·m ² /g	1,4	2,3	2,25
Indice de déchirure, mN·m ² /g	7,85	9,2	12,6
Blancheur, ISO%	56,4	62	58,2
Opacité, %	95	91,7	94,2

2.1.2.2.2 Mise en pâte chimico-mécanique

La mise en pâte chimico-mécanique (PCM) est un procédé plus sévère que le précédent (PCTM), en utilisant plus de produits chimique et un temps plus long de prétraitement, suivie par un raffinage atmosphérique. Il atteint donc un niveau de sulfonation de la pâte plus haut, et rend les fibres plus fortes. Toutefois, le rendement de la PCM est généralement au-dessous de 90%. La PCM est introduite comme pâte de renforcement dans certains produits tel que le papier journal pour remplacer la pâte chimique.

Au même niveau de sulfonation, la PCM de pin gris est généralement de qualité inférieure à celle de l'épinette noire pour les liaisons entre les fibres, car les fibres à paroi épaisses du pin gris sont plus difficilement modifiables. L'enlèvement partiel de la lignine est considéré nécessaire pour améliorer les liens entre les fibres de pin gris. Au cours de la sulfonation par le bisulfite, en ajoutant une faible quantité d'anthraquinone (AQS, 0,1%), la PCM de pin gris contient moins de lignine de Klason et possède plus de liens inter fibres pour un rendement donné. En outre, la PCM de pin gris produite par un procédé au bisulfite/AQS à 85% de rendement a une capacité de liaison inter fibre comparable à la PCM d'épinette noire à 88% de rendement sans aide de prétraitement chimique [59, 60].

2.1.2.2.3 Mise en pâte mécanique au peroxyde alcalin

Le procédé de mise en pâte mécanique au peroxyde alcalin (PMPA), a été présenté pour la première fois en 1989, à la conférence internationale sur les pâtes mécaniques par Andriz [61]. Comme les procédés conventionnels de PCM et PCTM, il consiste en deux parties : l'imprégnation et le raffinage [62, 63]. Lors du stade d'imprégnation de la PMPA, les copeaux sont réchauffés à la vapeur, pressés, imprégnés, puis retenus dans un silo de réaction pour assurer la réaction complète. Ensuite, le défibrage et la fibrillation se termineront dans un raffinage atmosphérique. Au cours du procédé de production de la PMPA, le prétraitement des copeaux au peroxyde d'alcalin ramollit la lignine et les hémicelluloses, résultant en une séparation des fibres plus facile, donc l'énergie de raffinage et le taux de bûchettes baissent. De plus, les groupements carboxyliques générés par l'oxydation et hydrolyse du peroxyde d'alcalin augmentent les liens inter-fibres [64].

Tableau 2.7 Propriétés comparatives de la PMPA de pin gris et d'épinette noire [65]

	Pin gris			Épinette noire
	PTM	PCTM	PMPA	PMPA
Indice d'égouttage, mL	105	90	95	100
Énergie spécifique, MJ/kg	8,71	9,65	7,74	7,38
Indice de rupture, N·m/g	32,7	34,6	50,0	60,6
Indice d'éclatement, kPa·m ² /g	1,7	1,9	2,6	3,8
Indice de déchirure, mN·m ² /g	9,0	10,0	9,2	9,0
Extractive (DCM), %	3,3	1,7	0,6	-
Blancheur, ISO%	58,8	60,2	77,2	68,1

Munster [65] fut l'un des premiers à utiliser le pin gris dans la mise en pâte au peroxyde alcalin, qu'il compara aux procédés thermomécanique (PTM) et chimico-thermomécanique (PCTM). Il montra que le pin gris peut profiter de ce type de mise en pâte. La PMPA de pin produite possédait un allongement à la rupture, un indice

d'éclatement et une densité de la feuille plus grands et une teneur en matières extractibles plus faible en comparaison à la PCTM ou à la PTM correspondante.

2.1.2.3 Traitements interstades

Au cours du procédé du raffinage mécanique en deux stades, la pâte peut subir une modification chimique entre les deux stades mécaniques. Ce concept du procédé est appelé traitement interstade.

2.1.2.3.1 Traitement interstade au sulfite de sodium

Un traitement interstades nommé OPCO a été développé par Ontario Paper Company. Le procédé OPCO consiste en un post-traitement des pâtes mécaniques (de préférences une pâte thermomécanique) à l'aide de sulfite de sodium [66]. Ce procédé peut produire des fibres avec des liens plus forts, une surface spécifique plus grande et une flexibilité plus élevée [67], tout en exigeant moins d'énergie spécifique. Les pâtes OPCO peuvent être utilisées dans les produits de papiers à journal ou autre papiers d'impression en remplacement des pâtes chimiques comme pâtes de renforcement [66].

Tableau 2.8 Propriétés comparatives de la pâte OPCO de pin gris [6]

	Pin gris			Épinette noire
	PTM	PCTM	OPCO	PTM
Indice d'égouttage, mL	150	150	150	150
Énergie spécifique, MJ/kg	10,1	10,9	8,50	9,11
Indice de rupture, N·m/g	23,5	36,9	36,8	38,1
Indice d'éclatement, kPa·m ² /g	1,60	1,87	2,07	2,63
Indice de déchirure, mN·m ² /g	7,57	9,53	8,14	9,56
Blancheur, ISO%	47,5	52,5	47,9	53,6
Opacité, %	97,3	94,0	95,2	96,2

Le Tableau 2.8 permet de comparer les propriétés des PCTM de pin gris ayant subies un traitement interstades (pâte OPCO) utilisant différentes charges de sulfite de sodium et différentes énergies spécifique de raffinage sur deux stades. Par rapport à la PCTM de

pin gris, la pâte avec traitement interstades requiert 25 à 30% moins d'énergie de raffinage pour un indice d'égouttage donné. Cependant, elle possède moins d'indice de déchirure. Par comparaison avec la pâte PTM d'épinette noire, la pâte OPCO peut être produite avec le même niveau d'énergie, tout en gardant des caractéristiques similaires.

2.1.2.3.2 Traitement inter-stades au peroxyde alcalin

Tyrväinen et al. [68, 69] ont effectué des essais en usine pilote pour produire des PTM sans et avec traitement au peroxyde d'alcalin (PTM-PA) à partir de pin gris et d'épinette noire. Ils ont observé l'impact du traitement interstades au peroxyde d'alcalin sur les paramètres de la pâte, telles que la consommation d'énergie, les propriétés de résistance et optiques ainsi que l'enlèvement des matières extractibles. Pour une consommation constante, la PTM-PA d'épinette noire possède des propriétés de résistance supérieures à celle du pin gris. Pour atteindre le même indice d'égouttage, la PTM-AP consomme un peu moins d'énergie que celle de la PTM, mais il n'y a pas d'amélioration considérable des propriétés des pâtes. Après le traitement interstades au peroxyde d'alcalin, le contenu en matières extractibles baisse à un niveau comparable à celui de la pâte mécanique d'épinette noire.

Tableau 2.9 Propriétés comparatives de la PTM-PA de pin gris [68]

	Pin gris		Épinette noire	
	PTM	PTM-PA	PTM	PTM-PA
Indice d'égouttage, mL	200	200	200	200
Énergie spécifique, MJ/kg	8,28	6,3	7,02	7,72
Indice de rupture, N·m/g	26,9	18,5	36,0	45,8
Indice d'éclatement, kPa·m ² /g	1,23	0,76	1,92	2,50
Indice de déchirure, mN·m ² /g	6,1	4,5	8,6	10,2
Blancheur, ISO%	52,0	62,1	51,8	64,6
Opacité, %	96,8	87,0	96,8	87,7

Lanouette et al. [70], à l'aide d'un plan d'expérience D-Optimal, ont évalué l'influence des paramètres du procédé, comme la température d'opération du lessiveur, l'entrefer, la

présence ou l'absence d'un traitement à l'hydroxyde de sodium, la charge de peroxyde d'hydrogène interstades, la température et le temps de rétention du traitement, ainsi que la consistance de raffinage lors du deuxième stade, sur le traitement inter-stades du pin. Ils ont ainsi optimisé ce procédé complexe. Ils ont démontré que pour le pin gris, l'utilisation d'une température de 115°C accompagnée d'un faible entrefer lors du premier stade de raffinage ainsi que d'une consistance élevée au deuxième stade, permet de développer au maximum les propriétés des fibres et du papier produit. En même temps, un traitement intermédiaire à la soude augmente radicalement les propriétés de liaison inter fibres sans affecter l'indice de déchirure mais fait chuter, par ailleurs, la blancheur de 4,6 points.

2.2 Fractionnement des fibres

2.2.1 Principe de base

Le fractionnement consiste à séparer des fractions de fibres ayant des propriétés différentes (les fibres longues et courtes ou les fibres grossières et fines). Les fractions diverses peuvent être utilisées séparément dans des produits différents ou améliorées par les traitements appropriés et recombinaés sous certaines formes afin d'améliorer la qualité des produits et/ou obtenir une économie d'énergie [71, 72, 73, 74].

2.2.1.1 Les types de fractionnement

À l'heure actuelle dans l'industrie des pâtes et papiers, le fractionnement est principalement effectué par deux types de séparateurs : le tamis sous pression et l'hydrocyclone, illustrés à la Figure 2.2. Le tamis sous pression fractionne la pâte essentiellement suivant la longueur des fibres et leur flexibilité. Par contre, l'hydrocyclone, réagit rarement à une différence de longueur des fibres, mais sépare plutôt les fibres selon leur densité et leur surface spécifique (surface par unité de masse) [75]. Ces équipements sont communément utilisés dans l'industrie pour des opérations d'épuration des pâtes: les tamis sont employés pour retirer les bûchettes tandis que les hydrocyclones sont employés pour retirer des impuretés telles que le sable, les particules d'écorce de bois, etc.

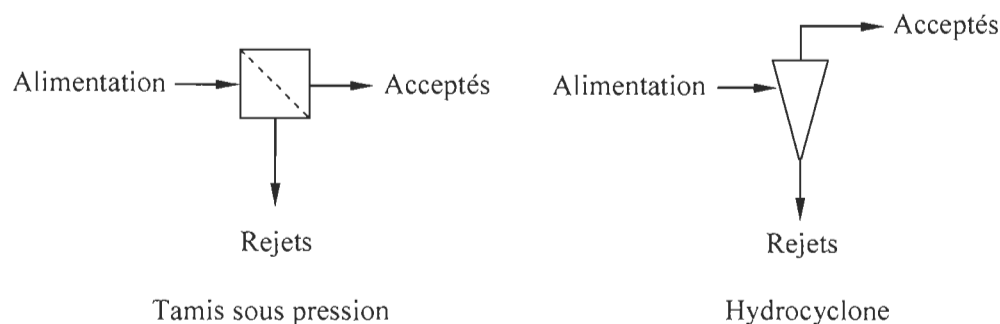


Figure 2.2 Convention de représentation pour un tamis sous pression et un hydrocyclone

D'autres appareils possédant une capacité de fractionnement ont aussi été suggérés : comme l'atomiseur rotatif (Wheel Plate Atomiser) [76], le filtre à disque avec pulvérisation (Spray disc) [77], le séparateur de Johnson utilisant l'écoulement liquide en colonne (Liquid Column Flow) [78], et encore les cellules de flottation [79, 80, 81]. Leur application n'est pas présentement répandue dans l'industrie. De nouveaux procédés ont également été étudiés tel que le lavage par élutriation en phase liquide [82], le séparateur à cône rotatif ou encore l'hydrocyclone à air injecté [83]. Par ailleurs, Green et Wong [84] ont développé un hydro dynamomètre à cuve rotative (« RTH ») afin d'étudier le comportement hydrodynamique des fibres en fonction de leur forme (courbure et tortuosité), notamment la vitesse de sédimentation et le coefficient de traînée. Krogerus et Fagerholm [83] ont montré qu'un tube est également capable de fractionner les fibres sur la base de leur longueur, essentiellement en raison des différences de vitesse d'écoulement au niveau de la couche limite à proximité de la paroi du tube.

2.2.1.1.1 Fractionnement par tamisage sous pression

Le tamisage sous pression est une importante opération dans l'industrie de pâtes et papier. Le tamisage sous pression a d'abord été introduit sur le marché pendant les années 1940 ou 1950 pour remplacer la technologie précédente comme le tamisage vibratoire et le tamisage centrifuge sans pression [85, 86]. Depuis ce temps, le tamisage sous pression, grâce à sa configuration unique ou multiple de fractionnement, a gagné une réputation enviable pour la pâte chimique [87], la pâte mécanique [88] et le papier recyclé [89, 90]. Comme mentionné ci-dessus, le fractionnement des fibres utilisant le

tamissage s'appuie principalement sur la longueur des fibres; cependant, la recherche de Wakelin a noté qu'avec des conditions appropriées, le tamissage peut dans une certaine mesure séparer les fibres selon la dimension transversale des fibres, surtout lorsqu'il existe une corrélation entre la longueur des fibres et la dimension transversale des fibres [72].

L'écoulement dans le tamis influence la performance de fractionnement du tamissage, ce qui est crucial. Les principaux écoulements à l'intérieur du tamis sous pression sont l'écoulement tangentiel induit par l'élément rotatif, l'écoulement axial induit par l'enlèvement des rejets, et le mouvement radial vers le panier causé par l'enlèvement de la pâte acceptée, comme illustré par la Figure 2.3 [91]. En plus de ces écoulements principaux, il y a aussi un mouvement entre les matières solides et l'eau causé par la force centrifuge. La force centrifuge et l'enlèvement de la fraction acceptée forcent le passage des fibres au travers du panier. La pâte n'entre dans la chambre des acceptées par le panier que lorsque la pression à l'intérieur de la surface du panier est plus élevée que celle dans la chambre des acceptées.

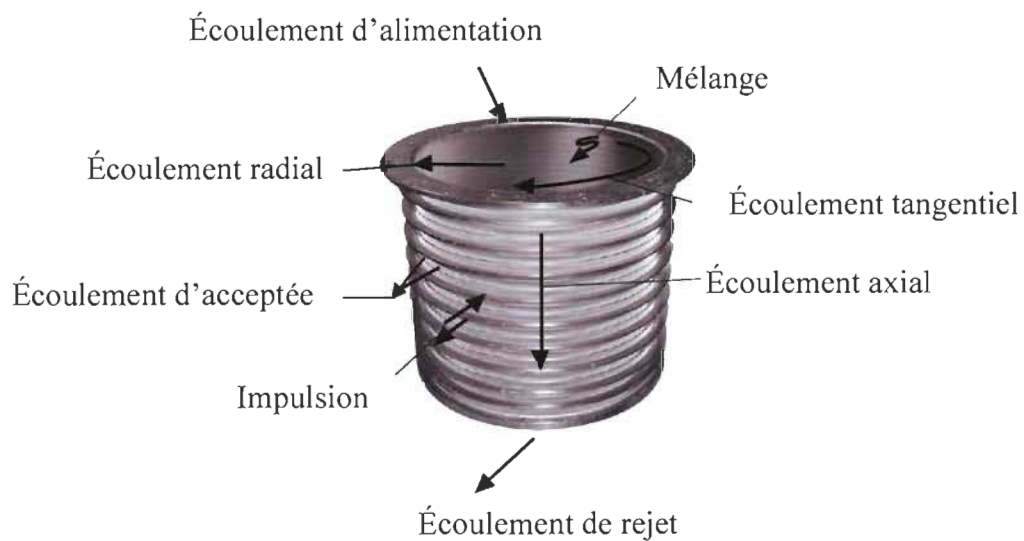


Figure 2.3 Les écoulements présents dans le procédé de tamissage

Lors du fractionnement par tamissage, plusieurs paramètres peuvent affecter la performance du fractionnement. Ces paramètres peuvent généralement se diviser suivant les groupes suivants : les paramètres de conception, les paramètres opératoires et les paramètres reliés à la pâte [92]. Les paramètres de conception régissent la configuration

de la chambre de tamisage [93], la conception de l'élément rotatif (corps [94], ailettes [88] et distance entre l'élément rotatif et le panier), la géométrie du panier du tamisage incluant le type de panier (fentes ou trous) [95], la taille de l'ouverture [96], la surface ouverte et le profil de surface [97]. Les paramètres opératoires sont la vitesse de passage [88, 96], la vitesse de rotation [88, 98], la consistance d'alimentation [99], la différence de pression [100] et le taux de rejet volumique [101]. Les paramètres reliés à la pâte comprennent le pH [99], l'indice d'égouttage [102], la température [103, 99], la viscosité du fluide [100] et les propriétés des fibres telles que la flexibilité, la masse linéique [104], la distribution des fibres [105] et la quantité de débris ou d'air entraînée dans la suspension [106]. La description détaillée à propos des influences produit de ces paramètres sur le fractionnement peut être trouvées dans la littérature [107, 108].

2.2.1.1.2 Fractionnement par hydrocyclone

L'hydrocyclone est habituellement utilisé dans les usines de pâtes et papier pour enlever les substances indésirables dans la pâte. La capacité des hydrocyclones à fractionner les fibres a été découverte pendant les années du soixante-dix [109]. Par fractionnement avec des hydrocyclones, il est possible d'obtenir des fractions fines et grossières correspondant à de grandes différences de certaines propriétés du papier comme la résistance mécanique et le lissé. D'après les résultats des essais qui ont été effectué auparavant [110, 111], l'hydrocyclone permet de séparer une fraction enrichie en fibres de BP à paroi mince et d'une fraction enrichie en fibres de BE, à faible collapsibilité transversale, à partir d'une pâte chimique et d'une pâte mécanique sur la base de l'épaisseur de la paroi cellulaire. Par ailleurs, il a aussi été reconnu que l'hydrocyclone peut également séparer la pâte raffinée selon le degré de traitement mécanique des fibres [112, 113, 114].

Au cours de l'opération d'un hydrocyclone, la suspension de pâte est injectée tangentiellement par un tuyau d'alimentation situé près du haut de l'appareil, ce qui produit un mouvement tourbillonnant de la suspension. Les conditions hydrodynamiques soumettent les fibres à plusieurs forces dont une force centrifuge, une force de traînée et une force de flottaison [115, 116], illustrées à la Figure 2.4 [71, 91]. La séparation des fibres est principalement le résultat des interactions entre la force centrifuge et la force

de traînée. La force centrifuge due au tourbillon de fluide, qui vient de la masse effective des fibres dans la suspension, dirige les fibres vers la périphérie de l'hydrocyclone et finalement jusqu'à l'extérieur; au contraire, la force hydrodynamique de traînée étant fonction de la surface spécifique des fibres dirige les fibres vers l'intérieur. Donc, les fibres de plus forte densité et ayant une moins grande surface spécifique se déplacent plus rapidement vers la fraction de rejets.

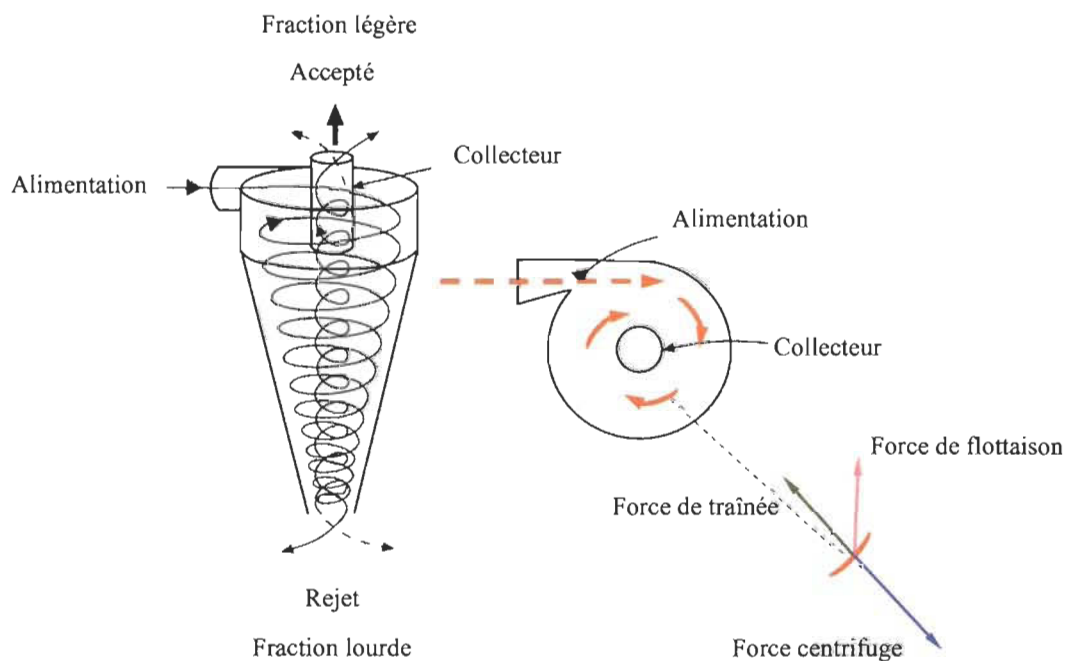


Figure 2.4 L'écoulement et les forces dans l'hydrocyclone

Par rapport au fractionnement par tamisage, la quantité de variables influençant le fractionnement par hydrocyclones est plus limitée. Comme le fractionnement par tamisage, les mêmes trois groupes de paramètres ont des relations avec la performance et l'efficacité de l'hydrocyclone d'après les publications sur le fractionnement de l'hydrocyclone: les paramètres de conception comportant le diamètre des becs, la longueur de cône et l'angle du cône [117], les paramètres opératoires incluant la concentration d'alimentation, le débit, la perte de pression et le taux de rejets, et finalement les paramètres reliés à la pâte sont la température et les propriétés des fibres (la densité, la masse linéique, la surface spécifique) [118, 119, 112].

2.2.1.2 Relations de base

Il existe des modèles mathématiques et équations théoriques qui ont été développés pour caractériser la séparation des fibres au cours du fractionnement par tamisage ou hydrocyclone [120, 121, 122]. Dans cette partie, les équations de base sont présentées pour décrire la performance du fractionnement tel que le taux de rejets volumique, le taux de rejets massique et le taux d'épaississement

Le taux de rejets volumique est défini comme étant le rapport entre le débit volumique de rejets et le débit volumique d'alimentation.

$$R_v = \frac{Q_r}{Q_f} \quad \text{Équation 2.1}$$

Où Q_f est le débit volumique d'alimentation (m^3/s)
 Q_r est le débit volumique de rejets (m^3/s)

De manière similaire, le taux de rejets massique est défini comme étant le rapport entre le débit massique de rejets et le débit massique d'alimentation :

$$R_w = \frac{M_r}{M_f} = \frac{Q_r C_r}{Q_f C_f} \quad \text{Équation 2.2}$$

Où M_f est le débit massique d'alimentation (kg/s)
 M_r est le débit massique de rejets (kg/s)
 C_f est la consistance de l'alimentation (%)
 C_r est la consistance de rejets (%)

Le taux d'épaississement est défini comme étant le rapport entre la consistance des rejets et la consistance d'alimentation :

$$T_R = \frac{C_r}{C_f} = \frac{R_w}{R_v} \quad \text{Équation 2.3}$$

Pour chaque configuration de tamis ou d'hydrocyclones, il existe une valeur maximum de taux d'épaississement au-delà de laquelle le panier colmate [88], provoquant l'obstruction du tamis ou, dans le cas de l'hydrocyclone, du bec de rejets.

2.2.2 Les applications du fractionnement des fibres

Les fibres sont hétérogènes dans la pâte et sont distribuées largement en fonction de leurs propriétés telle que leur morphologie, leurs propriétés mécaniques et leur composition chimique, ce qui cause des différences potentielles pour la fabrication du papier. De plus, les coûts d'énergie et de matières premières deviennent de plus en plus grands combinés avec plus d'exigence au niveau de la qualité des papiers. Donc la combinaison d'un fractionnement et d'un traitement des fibres fournit une approche possible pour réaliser une réduction énergétique, une baisse des coûts ou une amélioration des produits par un traitement sélectif ou une utilisation séparée des fibres résultant du fractionnement.

2.2.2.1 Les traitements après fractionnement

Comme mentionné ci-dessus, le fractionnement des fibres peut produire deux fractions ou plus possédant des caractéristiques différentes qui réagissent différemment aux processus subséquents. Pour cette raison, il semble logique de profiter du traitement séparé des fractions au lieu de cibler un traitement de la pâte entière, ce qui induit moins de consommation énergétique et chimique et évite des dommages excessifs sur les fibres [123]. Donc, un fractionnement suivi d'un traitement spécifique à chaque fraction serait sans doute bénéfique et mérite que l'on y porte attention au niveau de la recherche.

2.2.2.1.1 Le raffinage sélectif

Le raffinage sélectif consiste à raffiner les fractions obtenues par fractionnement à la place de la pâte entière selon leur degré de besoin en traitement additionnel avant la recombinaison des fractions pour reformer la pâte originale. C'est-à-dire que la fraction de fibres grossières ou longues peut être mieux développée en visant l'amélioration de la flexibilité et de la fibrillation des fibres sur lesquelles est basée la liaison des fibres [124]. La fraction fine reçoit ainsi un raffinage moindre ou pas de raffinage du tout. Donc en théorie, ce type de procédé augmente la capacité de liaison de la pâte mélangée sans nuire aux propriétés de surface et optique ayant un lien direct avec la fraction fine.

Une réduction de l'énergie du raffinage est aussi possible comparativement à celle du raffinage de la pâte entière.

Ferluc et al. [125] et Zha et al [126] ont présenté une étude de fractionnement de pâte thermomécanique de raffinage pour améliorer la qualité de la pâte et réduire la consommation d'énergie. Tout d'abord, la PTM après le premier stade a été séparée efficacement pour obtenir deux fractions (fibres courtes et fibres longues) par deux tamis à trous de faibles ouvertures (0,25 mm). Ensuite, à l'aide de deux tamis à fentes, la fraction de fibres longues après le tamis à trous a été fractionnée en deux fractions définies comme une fraction enrichie respectivement en fibres de BP et de BE. Les fractions sont raffinées à haute ou à basse consistance, puis sont mélangées avec la fraction de fibres courtes sans traitement selon le taux de proportion de la pâte initiale. Les résultats montrent que le raffinage des fibres longues séparément permet non seulement une réduction considérable de la consommation d'énergie comparativement avec le raffinage de la pâte entière à haute consistance pour un même niveau de développement des fibres, mais aussi procure des pâtes dont le coefficient de diffusion de la lumière et l'absorption d'énergie de traction sont augmentés. Cependant, le procédé a tendance à sacrifier une part de la résistance mécanique de la pâte mélangée lorsque la réduction énergétique est plus importante. Corson et al. [127, 128, 129] ont fractionné une PTM de pin *Radiata* juvénile pour obtenir deux fractions par un tamisage sous pression. Ils ont par la suite effectué un raffinage sélectif des fibres longues. Les résultats démontrent une amélioration des propriétés des feuilles et de l'imprimabilité offset accompagnée d'une réduction de l'énergie de raffinage. Koskenhely et al. [130] notent qu'en utilisant la pâte kraft blanchie de bois résineux, une combinaison de fractionnement par tamisage sous pression et un raffinage sélectif des fractions à basse intensité peut être utilisée pour augmenter les propriétés de résistance et de surface des feuilles par rapport à celles des pâtes provenant du raffinage sans fractionnement. Dans le cas du papier recyclé à base de pâte OCC fractionnée par tamisage sous pression, l'étude indique que les propriétés générales des pâtes entières raffinées sont supérieures à celles de la pâte recombinaison après le raffinage sélectif, mais le raffinage sélectif permet une économie d'énergie de raffinage [131]. Quant à l'hydrocyclone, il est utilisé pour fractionner la pâte en deux fractions, soit la fraction fine enrichie de fibres de BP et

la fraction grossière enrichie de fibres de BE. Le raffinage de la fraction grossière est un bon moyen pour augmenter la qualité du produit et sauver de l'énergie durant la mise en pâte de thermomécanique d'après les résultats des recherches [73, 110]. Dans le cas de la pâte chimique, Vomhoff et al. [132] ont trouvés de grandes différences de propriétés des feuilles entre les fractions fines et grossières et la pâte initiale à la suite d'un raffinage séparé. Ils ont suggéré d'utiliser ces fibres différemment. Au cours du raffinage de la fraction grossière, Laine et al. [133] observent que le raffinage génère plus de fibrillation sur les fibres d'été à parois épaisses, ce qui produit, en contrepartie, une réduction de l'épaisseur de paroi.

2.2.2.1.2 Traitement chimique

En plus de recevoir un traitement mécanique plus sélectif, les fractions peuvent être améliorées par un traitement chimique [134], comme par exemple par une sulfonation ou une oxydation. En comparaison avec un raffinage purement mécanique, le traitement chimique sur les pâtes augmente la conformabilité des fibres, qui augmente la surface de contact entre les fibres, ce qui promeut une hausse des propriétés de résistance des pâtes. L'utilisation de produits chimiques présente aussi certains inconvénients tels qu'une baisse de rendement, d'opacité ou de bouffant des pâtes. Donc en appliquant un traitement plus ciblé à certaines fractions dont les fibres plus grossières sont peu ou pas développées, il devrait être possible d'optimiser les gains en minimisant les inconvénients. Par rapport aux pâtes entières, les fractions grossières reçoivent le traitement chimique tandis que les fractions fines demeurent non traitées. Ce processus minimise l'impact négatif sur les propriétés optiques des pâtes, particulières le coefficient de diffusion et l'opacité, tout en évitant le gaspillage de produits chimiques puisque les fractions fines consomment beaucoup de produits chimiques en raison de leur grande surface accessible. Les traitements chimiques seront discutés de façon spécifique pour chaque type de produits chimiques ci-après.

2.2.2.1.3 Blanchiment

Le fractionnement peut aussi être associé au blanchiment des pâtes car les diverses fractions répondent différemment aux agents de blanchiments. La fraction fine est un

contributeur important à la blancheur finale de la pâte. En dépit d'une concentration en chromophores plus élevée, la fraction fine est plus blanche que la fraction grossière à cause de sa bonne diffusion de la lumière due à sa plus grande surface spécifique [135]. Généralement la teneur en lignine, la teneur en matières extractibles ainsi que la concentration en ions métalliques, comme Mn et Fe, des fractions fines sont plus grandes que celles des fractions grossières [136], ce qui les amène à consommer disproportionnellement plus de produits de blanchiment. La fraction fine a plus de potentiel de blanchiment car sa plus grande surface spécifique facilite l'accès pour les agents de blanchiment aux groupements chromophoriques [137], mais les résultats montrent que l'efficacité du blanchiment de la fraction fine est plus basse que celle de la fraction grossière [138]. Donc, il est possible et nécessaire d'optimiser les conditions du blanchiment pour accroître la qualité des papiers par un blanchiment séparé suivant le fractionnement de la pâte [139, 140].

Lapierre et al. [141] ont étudié le fractionnement d'une pâte recyclée à l'aide de tamis sous pression. Les deux fractions séparément par une séquence de blanchiment - QPY (chélation, blanchiment au peroxyde et à l'hydrosulfite). Ils ont conclu que la fraction longue a mieux réagi que la fraction courte dans une séquence QPY. Afin d'étudier l'effet de la morphologie des fibres sur le blanchiment, Panula-Ontto et al. [142] ont fractionné une pâte Kraft écrue de feuillus avec des hydrocyclones puis ont réalisé un blanchiment de chaque fraction. Lorsque l'épaisseur de paroi augmente, ils trouvent que la consommation d'agent de blanchiment augmente pour une même augmentation de blancheur (dioxyde de chlore, ozone) ou une réduction de l'indice Kappa (oxygène, peroxyde d'hydrogène) pour un taux de fines constant. Le taux de fines augmente la consommation d'agent de blanchiment, notamment dans le cas du peroxyde d'hydrogène. Brännvall et al. [143] ont trouvé que les fractions après le fractionnement par hydrocyclone répondent différemment aux agents de blanchiment, donc qu'un avantage potentiel peut être procuré par un blanchiment séparé.

2.2.2.1.4 Bio-traitement

Les propriétés des pâtes kraft ou mécanique peuvent être améliorées par un traitement aux enzymes comme la cellulase, qui modifie les caractéristiques des fibres telle que la

flexibilité et la collapsibilité [144, 145]. Cette modification provoque toutefois des pertes de résistance des fibres ou des feuilles car la cellulase dégrade significativement la cellulose, surtout pour les fibres courtes et les fines en raison d'un accès plus facile aux sites réactifs. Donc pour éviter la perte de rendement en pâte et la résistance des feuilles, le traitement sélectif avec des enzymes peut être adopté pour modifier directement la fraction grossière. Mansfield et al. [146, 147, 148] ont effectué le fractionnement d'une pâte kraft par un tamisage sous pression à l'échelle industrielle pour obtenir une fraction de fibres courtes et une fraction de fibres longues qui ont ensuite été traitées. Les deux fractions ont été recombinaées pour reconstituer la pâte qui peut être comparée avec la pâte de contrôle. Les résultats montrent que, par rapport à la moyenne sans fractionnement, cette approche combinée peut réduire la perte de rendement et la quantité d'enzyme requis. Bien que l'indice de déchirure des pâtes recombinaées soit encore bas, les indices de rupture et d'éclatement sont augmentés beaucoup plus que ceux du contrôle. En outre, la pâte recombinaée a un meilleur lissé, ce qui améliore l'imprimabilité du papier.

2.2.2.2 Applications du fractionnement

Généralement, le fractionnement des fibres vise plusieurs buts, incluant l'amélioration de qualité du produit, l'utilisation plus efficace de matières premières et l'économie d'énergie. Dans cette partie, quelques applications du fractionnement sont examinées.

Au cours du recyclage des fibres, les fibres subissent souvent une dégradation de la cellulose et une perte de flexibilité, ce qui provoque une réduction des résistances et des propriétés de liaison. Le fractionnement à l'aide de tamis ou d'hydrocyclone est adopté dans le recyclage des vieux papiers comme MOW et OCC pour améliorer les fibres recyclées de façon à fabriquer des produits à plus forte valeur ajoutée et remplacer les fibres vierges plus dispendieuses [149, 150, 151]. Le fractionnement peut aussi être appliqué dans la fabrication des produits multi-couches. Les fibres courtes sont utilisées sur la couche du haut ou du bas pour fournir une meilleure qualité de surface et une meilleure imprimabilité alors que les fibres longues sont utilisées dans la couche du milieu pour donner la résistance, la rigidité et aussi le volume spécifique. Cette approche est proposée pour produire un meilleur carton multi-couches par Vollmer [152], et pour

le papier à journal [153]. Selon le brevet de Vinson, le fractionnement peut être combiné avec la fabrication du papier tissu à moindre coût [154]. Olson et al. [155] ont employé la technologie du fractionnement afin d'augmenter la résistance et la porosité des sacs à base de pâte kraft. Du côté des pâtes mécaniques, les processus d'un fractionnement en un stade ou multi-stades sont utilisés dans la production de papiers supercalandrés (SC) ou couchés légers (LWC) pour améliorer les résistances des papiers et réduire la rugosité [156, 157]. Le fractionnement a aussi été employé pour contrôler la qualité des pâtes végétales comme la bagasse [158].

2.3 Traitement chimique des fibres

Généralement parlant, tous les traitements des fibres qui sont associés aux procédés chimiques font partie des traitements chimiques, incluant les modifications fonctionnelles en chimie telles que l'estérification, la cationisation et la carboxyméthylation, pour produire des matériaux composites ou spéciaux à base de fibres cellulosiques, mais aussi des oxydations catalytiques par TEMPO (2,2,6,6-tetraméthyl-1-piperidinyloxy) [159] ou par le périodate de sodium [160]. Dans cette partie nous présenterons plusieurs traitements chimiques plus réguliers et répandus visant principalement l'amélioration des propriétés physiques des fibres dans l'industrie de papetier.

Il est généralement accepté que les propriétés physiques des pâtes sont en lien étroit avec le gonflement, le caractère superficiel et la flexibilité des fibres, qui peuvent être modifiés par un traitement chimique. Généralement, le traitement chimique augmente principalement les groupements anioniques des fibres comme les groupements carboxyliques ou sulfoniques qui sont favorables à l'hydrophilicité de la lignocellulose ainsi qu'aux liaisons inter-fibres [161, 162]. Il est indiqué que le nombre de charges en surface des fibres est important pour les propriétés physiques de la pâte [163]. Les groupements carboxyliques sur la surface des fibres sont plus importants pour le développement de la résistance que l'augmentation de flexibilité résultant généralement en une hausse de la charge globale et du gonflement des fibres [163, 164].

2.3.1 Traitement au peroxyde alcalin

L'augmentation de résistance des pâtes traitées par le peroxyde alcalin provient de l'augmentation du gonflement et la flexibilité des fibres due à la hausse du nombre de groupements carboxyliques. Au cours du traitement par le peroxyde alcalin, les fibres subissent deux réactions majeures : l'hydrolyse et l'oxydation. En condition alcaline, les matières uroniques sous forme d'ester et de lactone dans la pectine, ainsi que les hémicelluloses, sont susceptibles de s'hydrolyser en générant de nouveaux groupements carboxyliques dans les fibres, ce qui rend les fibres plus hydrophiles et plus flexibles [165, 166]. En présence de peroxyde, la lignine subit également l'oxydation de ses radicaux $\text{HOO}\cdot$ résultant en d'autres groupements hydrophiles dans la lignine, ce qui favorise la flexibilité et la résistance des fibres [167, 168]. Par ailleurs, la dissolution de matières extractibles est aussi un autre facteur qui contribue aux liaisons inter-fibres [169].

Selon Korpela [169], le traitement au peroxyde alcalin à haute alcalinité peut augmenter les propriétés physiques et réduire la teneur en matières extractibles des pâtes de meule sous pression de pin sylvestre; son étude suggère que l'alcalinité est le facteur le plus important influençant la liaison des fibres par rapport à la charge de peroxyde. Le peroxyde alcalin est aussi utilisé pour traiter les fibres longues ou les rejets. Han et al. [170] indiquent que le traitement au peroxyde alcalin est un moyen efficace d'augmenter les propriétés physiques et optiques des fibres longues de PTM de pin gris. Bian et al. [171] ont fait des raffinages pilotes de rejets de PTM à la suite d'un traitement au peroxyde alcalin. Les résultats montrent que le traitement peut réduire de 20% l'énergie spécifique de raffinage et augmenter la densité et la résistance à la rupture sous des conditions de 5,2% d'alcalinité et 2,9% de peroxyde. Strunk et al. [172, 173] et Sferrazza et al. [174] affirment qu'en consommant moins d'énergie spécifique, une pâte avec une bonne blancheur et de meilleures propriétés physiques peut être produite à partir de rejets de PTM et de pâte de meule traités au peroxyde alcalin.

2.3.2 Traitement au sulfite de sodium

Le traitement des fibres par le sulfite de sodium s'associe principalement à la réaction de sulfonation, soit l'une des modifications chimiques les plus répandues dans les pâtes chimico-mécaniques, qui se réalise par l'introduction de groupements sulfoniques dans la lignine, principalement sur le carbone alpha des unités phényle propanes. La lignine en tant que polymère hydrophobe va limiter le gonflement des fibres et diminuer l'aplatissement de la paroi, la flexibilité et la liaison des fibres, ce qui est nuisible aux propriétés physiques des pâtes. Les groupements sulfoniques, promeuvent l'hydrophilicité de la lignine après la modification par sulfonation, donc le gonflement et la flexibilité augmentent, ce qui permet d'améliorer les résistances mécaniques des pâtes et de favoriser le développement des fibres dans le raffinage subséquent, mais la sulfonation amène également des désavantages, i.e. la réduction de l'opacité et du bouffant du papier qui peuvent être compensés par le processus de sulfonation des pâtes sans ou avec moins de fines [175] et la réintroduction des fines non traitées après le raffinage des fibres longues traitées.

Le traitement des pâtes entières peut augmenter efficacement les résistances mécaniques des pâtes, surtout la résistance à la rupture et la liaison interne, en fonction de la teneur en groupements sulfoniques de la pâte. Cependant, il nuit à la résistance à la déchirure et aux propriétés optiques [176]. La raison principale pour cela est que les fines reçoivent plus de groupements sulfoniques à cause de leurs plus grandes surfaces accessibles. Par rapport au traitement des pâtes entières, le traitement des fibres longues ou des rejets de pâtes mécaniques avant le raffinage s'avère un moyen idéal d'augmenter les propriétés des pâtes mécaniques dans beaucoup d'articles trouvés dans la littérature [177, 178, 179, 180, 181, 182, 183, 184, 185, 186]. Les résultats des essais montrent que la sulfonation et le raffinage des fibres longues et des rejets permettent d'accroître la résistance finale du papier en maintenant des propriétés optiques et des propriétés de surface acceptables, en plus d'économiser de l'énergie spécifique de raffinage dans une certaine mesure.

2.3.3 Traitement par ozone

Pendant le traitement des fibres par l'ozone, l'oxydation survient avec à trois effets : l'introduction de nouveaux groupements carboxyliques sur la lignine, une délignification de la surface des fibres et la dégradation des matières extractibles, ce qui est confirmé par Östenson et al. [187]. Cette modification est favorable à une hausse de l'hydrophilicité et de la flexibilité des fibres, ce qui résulte en une augmentation des propriétés des pâtes

Plusieurs traitements des pâtes mécaniques entières par l'ozone ont été effectués, démontrant que les résistance mécaniques incluant l'indice de rupture, l'indice de déchirure et l'indice d'éclatement augmentent [188, 189, 190] à la suite de ce traitement. Cependant, ce traitement nuit aux propriétés optiques comme la blancheur, en raison des nouveaux groupements chromophores introduits par l'ozone [191]. Quant au traitement des fibres longues par l'ozone, Petit-Conil trouve qu'avec une charge de 1-2% d'ozone avant le raffinage, ce traitement peut modifier efficacement la lignine et diminuer la teneur en matières extractibles, en plus d'augmenter les propriétés physiques et de réduire la consommation énergétique lors du raffinage [192].

2.4 Résumé

Les caractéristiques physiques et chimiques du pin gris, comme une plus haute teneur en matières extractibles et une paroi cellulaire plus épaisse, rendent son utilisation limitée dans la mise en pâte mécanique. Cependant, en raison de la diminution des essences disponibles, beaucoup d'efforts ont été mis pour développer un procédé de mise en pâte mécanique spécialement adapté pour une utilisation accrue du pin gris.

Le fractionnement des fibres peut être effectué par deux équipements : les tamis sous pression et les hydrocyclones selon différents mécanismes. Certains avantages semblent acquis lors de l'utilisation de traitements séparés combiné avec le fractionnement.

Le traitement chimique peut améliorer l'hydrophilicité des fibres, donc promeut le gonflement et la flexibilité qui sont favorables aux propriétés physiques des pâtes.

Chapitre 3 - Influence sur les fibres longues de pin gris d'un raffinage sélectif après divers traitements chimiques

À partir de la revue de la littérature, il a été démontré que le pin gris est une des essences les plus répandues au Canada, mais son utilisation dans les usines de pâte mécanique est limitée dû à des problèmes tels que la présence de poix, une plus grande consommation d'énergie de raffinage et des propriétés de résistance moindres. Ces problèmes sont liés aux caractéristiques spéciales de cette essence, soit une plus haute teneur en matières extractibles, une paroi cellulaire plus épaisse et un rapport bois d'été sur bois de printemps élevé. Les fibres de pin gris ont une faible capacité d'absorber l'énergie, ce qui les rend susceptibles de se briser lors d'un raffinage conventionnel. Pour éviter ce désavantage, le raffinage avec une intensité extrêmement basse pourrait être une option, mais une énergie excessive est demandée. Donc, il est important d'essayer une façon alternative qui permette de bien développer les fibres de pin gris avec moins de consommation d'énergie. Un tamis sous pression muni d'un panier à trous lisses de 0,25mm de diamètres en deux stades s'est avéré capable de bien séparer la pâte primaire en deux fractions : une fraction de fibres longues et une fraction de fibres courtes. Dans un projet de recherche précédent, notre groupe de recherche a démontré qu'un raffinage sélectif de la pâte thermomécanique fractionnée à l'aide du tamis sous pression pourrait réduire l'énergie de raffinage sans sacrifier la résistance à la traction. Il est cependant impossible de prévoir si ce procédé convient ou non au pin pris, il est donc essentiel d'effectuer des expériences préliminaires pour faire la lumière sur cette faisabilité.

Ce chapitre consiste principalement en deux articles intitulés "Development of Jack pine fibres during selective refining of long fibre fractions after various chemical treatments" et "Quality impacts of chemical treatments and selective refining of Jack pine TMP long fibres" qui se sont parus dans "Journal of Pulp and Paper Science" et "Appita Journal" respectivement. Dans cette série d'essais, un tamis sous pression en deux stades en cascade a été utilisé pour fractionner la pâte thermomécanique de pin gris après le premier stade de raffinage. Deux fractions dont une fraction riche en fibres longues et une fraction riche en fibres courtes ont été obtenues; par la suite, la fraction riche en

fibres longues a reçu un raffinage sélectif sans traitement chimique ou avec divers traitements chimiques tels que le sulfite de sodium, le borohydrure de sodium, le peroxyde alcalin et l'acide peracétique. La fraction de fibres longues traitées par un raffinage sélectif est ensuite mélangée avec la fraction des fibres courtes pour reconstruire la pâte initiale selon le rapport massique entre la fraction des fibres longues et la fraction des fibres courtes obtenues suite au fractionnement. En même temps, la pâte sans fractionnement a été produite par un raffinage conventionnel comme référence. La consommation d'énergie, les caractéristiques des fibres et les propriétés physiques et optiques des feuilles ont été analysées. Les objectifs principaux de cette étude sont de comprendre l'impact de divers traitements chimiques sur les propriétés physiques ainsi que d'étudier le comportement des fibres au cours de raffinage sélectif. Ces résultats ont permis de déterminer quel produit chimique pourrait être adopté pour traiter les fibres longues de pin gris dans la prochaine étape de l'étude.

À partir de l'étude préliminaire, plusieurs conclusions peuvent être tirées. Au niveau de la consommation énergétique, un raffinage sélectif présente un avantage par rapport au raffinage de pâte entière pour tous les raffinages sélectifs avec traitements chimiques; le raffinage sélectif avec un traitement au sulfite de sodium demande moins d'énergie de raffinage comparé au raffinage sélectif sans traitement.

Concernant le comportement des fibres au cours du raffinage, les fibres longues en absence de fibres courtes lors du raffinage sélectif semblent soumises à plus de forces, donc les fibres produites ont une masse linéique et une épaisseur de parois réduites. Le traitement chimique, surtout le sulfite de sodium, peut augmenter la valeur de rétention d'eau des fibres par l'introduction de groupements acides dans les fibres, ce qui favorise l'épluchage et la rupture des fibres plutôt que de l'écrasement et le raccourcissement des fibres durant le raffinage sélectif.

Du côté des propriétés de pâte, le raffinage sélectif peut produire une pâte reconstituée avec une plus grande résistance à la rupture et une meilleure rugosité de surface, mais une plus basse résistance à la déchirure comparée à la pâte obtenue par un raffinage sur la pâte entière. Le raffinage n'a pas d'impact évident sur les propriétés optiques de pâte. Par rapport au raffinage sélectif sans traitement chimique, le raffinage sélectif avec

traitement chimique peut réduire la teneur en bûchette dans la pâte et améliorer la rugosité de surface et la résistance à la rupture sans réduire la résistance intrinsèque à la traction (zero-span). Le traitement chimique présente un effet négatif sur le bouffant et le coefficient de diffusion. Cependant, l'ajout de fibres courtes sans traitement permet d'alléger la perte de coefficient de diffusion. En général, le sulfite de sodium montre un avantage sur les autres produits chimiques au niveau de l'économie énergétique et de l'indice de rupture des pâtes, donc il pourra être sélectionné comme la meilleure façon pour traiter les fibres longues avant le raffinage sélectif pour la poursuite de l'étude.

Development of Jack Pine Fibres during Selective Refining of Long Fibre Fractions after Various Chemical Treatments

Youfeng Lin, Robert Lanouette*

Centre Intégré en Pâtes et Papiers, Université du Québec à Trois-Rivières

C.P. 500, Trois-Rivières, QC, G9A5H7

* Corresponding author: Robert.Lanouette@uqtr.ca

Abstract

The potential to produce mechanical pulp from Jack Pine by combining selective refining with various chemical treatments of the long fibre fraction was evaluated by investigating fibre characteristics and paper properties after refining. The results demonstrated that, compared to fibres without chemical treatment, treated fibres can be developed and strength properties can be improved to some extent. Moreover, selective refining shows an advantage in terms of refining energy consumption and physical properties over whole-pulp refining.

Résumé

Le potentiel de fabrication de la pâte mécanique de pin gris en combinant un raffinage sélectif avec plusieurs traitements chimiques des fractions de fibres longues a été évalué en mesurant les caractéristiques des fibres et les propriétés des feuilles. Les résultats montrent que, par rapport aux fibres sans traitement chimique, les fibres avec traitement chimique se développent bien et leur résistance physique peut être augmentée dans une certaine mesure. De plus, le raffinage sélectif requiert une consommation énergétique de raffinage moindre et améliore les propriétés physiques comparativement au raffinage de la pâte entière.

Introduction

Jack pine (*Pinus banksiana* Lamb.) is one of the most widespread commercial tree species in Canada representing about 20.4% of conifer wood [1]. For a long time, the

use of Jack pine in mechanical pulp mills has been limited because of some well-known problems such as pitch deposits, high energy consumption and poor strength properties, which are closely related to the special characteristics of the species. It has a high extractive content, high fibre wall thickness of summer wood and high summer/spring wood ratio. In order to promote the use of Jack pine in mechanical pulping, some laboratory and pilot research has been carried out over the past thirty years with techniques such as TMP [8], CTMP [11], and APMP [65] as well as refining with inter-stage treatments like OPCO [6] and AP-TMP [68, 70]. To better understand the behaviour of Jack pine fibres during refining, certain studies were conducted [10, 45], showing that Jack pine fibres have a poor ability to absorb energy and thus are susceptible to breakage in conventional refining. To avoid this disadvantage, extremely low intensity refining could be a potential option; however, it leads to excessive energy consumption to reach a given freeness [45]. The best way to improve the energy absorption of Jack pine fibres and to enable the development of the fibres during refining with a relatively low refining energy is an important research objective.

Pressure screens are one of the more common pieces of equipment to separate fibres into two fractions: long fibre and short fibres fractions according to fibre length and flexibility [125, 126], it was shown that selective refining can considerably reduce the refining energy of TMP and improve the light scattering of the pulp while sacrificing some physical properties.

The hydrophilicity of lignocellulose fibres can be enhanced by chemical treatment. This treatment increases fibre swelling and flexibility that can generally make fibre refining and paper physical properties better. The chemical treatment of fibres can be done by using different procedures including: hydrolysis with alkali to generate new carboxylic groups [165], oxidation of the lignin structure by peroxide [169], hydroxylation by peracetic acid to attach new hydroxyl groups onto the lignin structure [193], sulfonation with sodium sulphite to add sulfonic groups onto the lignin structure [194], or reduction with sodium borohydride to reduce the carbonyl groups to alcohol groups [195].

The objective of this study is to evaluate Jack pine fibre behaviour during selective refining with or without various chemical treatments and whole-pulp refining by measuring fibre characteristics and paper properties.

Experimental

Material

Jack Pine (*Pinus banksiana* Lamb.) used in this research was obtained from the northern Mauricie region in the province of Quebec. Jack pine logs were chipped in the local chipper mill, screened with Rader disc screens (Rader Company Inc.) to remove the over-thick chips and fines, then washed and drained.

Methodology

A schematic of this pilot experiment is illustrated in Figure 3.1. It consists of refining, fractionation, chemical treatment and mixing.

Refining

Refining consists of two stages: a primary and a secondary refining stage conducted with the Metso CD300 pilot refiner at the CIPP in Trois-Rivières, Quebec. For primary refining, Jack pine chips steamed at atmospheric pressure were fed by a plug-screw into the preheater at 262 kPa for 5 minutes before being refined at about 138 °C at a production rate of approximately 0.59 kg/min and 26% discharge consistency. The specific energy consumption for primary refining is 5.86 MJ/kg. Under atmospheric conditions and with the measured discharge pulp consistency from about 9% to 15%, second stage refining was performed by single pass to produce pulp samples with different freeness by adjusting the refiner plate gap each time. All pulp samples were kept in a cold chamber.

Fractionation and Recombination of Pulp

The primary pulp (650 mL CSF) was fractionated with a Black Clawson model 8P pressure screen equipped with a two-foil open rotor rotating at a tangential speed of 20

m/s to obtain two fractions: a short and a long fibre fraction. The fractionation process consists of a two-stage cascade with a 0.25 mm smooth holes basket as illustrated in Figure 3.1. This method was proven to be an efficient way to separate primary pulp into two fractions after testing several fractionation strategies by Ferluc et al [15].

The feed consistency was 1% for the two stages, and the volumetric reject rate was 25%. The refined long fibre fractions were recombined together with the unrefined short fractions to recreate the original pulp according to the fractionation mass ratios indicated in Figure 3.1.

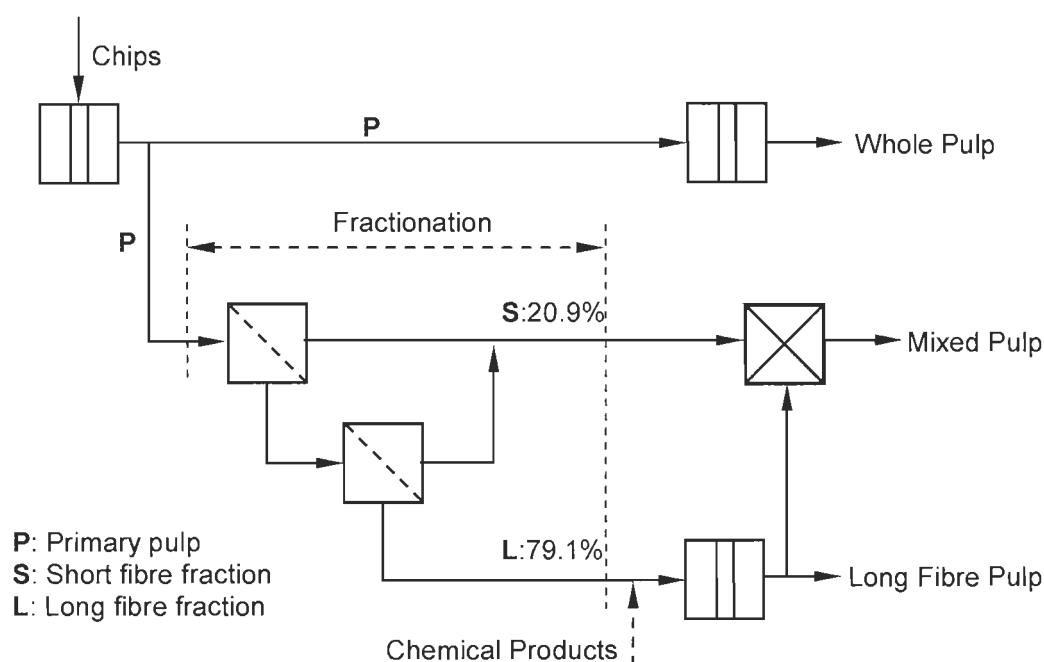


Figure 3.1 Simplified scheme of refining and fractionation procedure

Chemical Treatment of Long Fibres

Long fibre fractions underwent chemical treatments in the inter-stage reactor of the CIPP using sodium sulfite, alkaline peroxide, sodium borohydride and peracetic acid, respectively. The detailed chemical treatment conditions and their corresponding abbreviations are listed in Table 3.1.

Table 3.1 Conditions and abbreviations

	Conditions	Abbr.
Without chemical treatment	Whole-pulp refining	PG
	Long fibre selective refining	R
With chemical treatment of the long-fibre fraction	Sodium sulfite treatment: 10% Na ₂ SO ₃ , 130 °C, 30% consistency, 60 min	S
	Alkaline peroxide treatment: 5% H ₂ O ₂ , 3.9% NaOH, 3% NaSiO ₃ , 0.05 % MgSO ₄ , 0.25 % DTPA, 30 % consistency, 90 °C, 60 min	H
	Sodium borohydride treatment: 12% NaBH ₄ , 30% consistency, 90 °C, 60 min	N
	Peracetic acid treatment: 1% CH ₃ CO ₃ H, 3.5% NaOH, 0.5% DTPA, 30% consistency, 90 °C, 60 min	A

Fibre Properties

The fibre length distribution of pulp was characterised with a Bauer McNett apparatus in the following fractions R14, R28+R48, R100+R200 and P200.

The fibre coarseness was measured using the Fibre Quality Analyzer (OpTest Equipment, Canada). The fibre wall thickness was determined by MWT (MorFi Wall Thickness, Techpap, France). The samples for fibre length, coarseness and wall thickness were prepared from the R14, R28 and R48 Bauer McNett fractions. To avoid blocking the tube of the device, the shives in R14 were removed with a Pulmac Master Screen (0.004 in. (0.1016 mm))

Water Retention Value

Water retention values (WRV) of the pulp samples were determined using Tappi method UM256. The added percentage of water retention values caused by chemical and mechanical treatments was calculated using Equation 3.1.

$$\% \Delta WRV = \frac{(WRV_f - WRV_{ref})}{WRV_{ref}} \quad \text{Equation 3.1}$$

Where, $\% \Delta WRV$ refers to the percentage increase in WRV; WRV_{ref} refers to the initial WRV of the pulps before treatment; WRV_f refers to the final WRV of the pulps after second-stage refining.

Charge of Fibres

Total fibre charge i.e., the sum of sulphonic and carboxylic acids, was measured by conductometric titration [196].

The surface charge of fibres was determined by potentiometric titration using a MUTEK particle charge detector (PCD-03, Mutek, Germany). The zeta potential (ζ) of the suspension was used as the indicator of the equivalent point. First, the pulp was completely neutralized by a cationic polyelectrolyte solution of 0.1 N poly (diallyl dimethyl ammonium chloride) (poly-DADMAC, BTG Company). Then the fibres were removed from the suspension using a 100 mesh screen, and 10 mL of the filtrate was transferred into the PCD-03 cell. The remaining poly-DADMAC in the suspension was neutralised with a 0.1 N solution of anionic sodium polyethylene sulphate (Pes-Na, BTG Company) until the endpoint where ζ reaches zero mV. The surface charge of fibres can be obtained according the following equation.

$$Q = \frac{(V_c \times C_c) - (V_a \times C_a)}{M} \quad \text{Equation 3.2}$$

Where Q is the surface charge of pulp; V_c is the volume of poly-DADMAC; C_c is the concentration of poly-DADMAC; V_a is the volume of Pes-Na; C_a is the concentration of Pes-Na; M is the mass of pulp sample.

The %change in the ratio of surface charge to total charge during refining was calculated with a rule similar to that used in the calculation of the percentage increase in WRV.

Physical and optical Properties

Latency was removed from all pulp samples using the Domtar disintegrator. Standard handsheets of 60 g/m² were prepared using a British sheet-mould former and then were kept in the constant temperature-humidity room. The freeness, physical and optical properties were evaluated according to PAPTAC standard testing methods.

Results and discussion

Fibre properties after fractionation

The fibre distribution and fibre length of different fractions are presented in Table 3.2 and Table 3.3. It is noted that a two-stage screen can separate primary pulp into two fractions very well: a long fibre fraction and a short fibre fraction.

Table 3.2 Fibre distribution of each fraction after fractionation

Fraction	Fibre distribution (Bauer McNett, %)					
	R14	R28	R48	R100	R200	P200
L	26.6	38.9	16.4	7.7	2.5	7.9
S	0.1	0.4	1.6	6.1	9.0	82.8

Table 3.3 Fibre length of different pulp fractions

Fraction	Fibre length (mm)			
	Entire pulp	R14	R28	R48
P	1.88	-	3.09	1.74
L	2.22	-	3.04	1.80
S	0.60	-	-	-

Note: We did not measure fibre length for the R14 of P and L because the coarse fibres easily block the FQA cell.

Physical and optical properties of handsheets

The physical and optical properties of handsheets from whole pulp and reconstituted pulps are compared in Table 3.4.

Table 3.4 Physical and optical properties of handsheets from whole pulp and reconstituted pulps

Properties	PG	R+SF*	A+SF*	N+SF*	H+SF*	S+SF*
Freeness (mL)	75	65	61	72	60	67
Specific energy (MJ/kg)	16.43	12.56	13.59	12.25	12.77	11.79
Apparent density (g/cm ³)	0.34	0.35	0.36	0.39	0.39	0.41
Tensile index (N*m/g)	39.0	41.2	43.6	46.0	52.5	52.4
Tear index (mN*m ² /g)	9.43	8.40	8.01	8.29	8.05	7.80
Brightness (% ISO)	47.9	47.7	45.4	48.3	54.6	44.2
Light Scattering Coeff. (m ² /kg)	56.4	56.4	53.3	52.4	50.7	46.3
Opacity (%)	97.6	97.7	97.6	97.5	95.0	97.3
Surface charge (mmol/kg)	26.19	18.8*	37.51*	29.13*	45.37*	47.48*
ΔWRV (%)	25	47	58	52	63	76

* Note: SF means short fibre fraction. Surface charge was obtained from the pulp before mixing.

It is shown that the recombined pulp has better tensile strength than the whole-pulp refining, especially for sodium sulfite and alkaline peroxide treatments. This could be attributed to the large increase in WRV, i.e., increase in internal fibrillation and higher surface charge of those pulps. The chemically treated pulp samples do not exhibit a tear index advantage over the non-chemically treated pulp. The increase in the bonding with no significant mean fibre length reduction should normally bring an increase of tear strength, which is not the case. We suspect that fractionation changes of fibre length distribution are enough to cause this discrepancy, but further study will need to prove it.

For brightness, alkaline peroxide treatments and sodium borohydride can increase the brightness, while sodium sulfite cannot. The brightness of the recombined pulp without chemical treatment is similar to the brightness of the whole pulp, meaning selective refining does not influence pulp brightness. Chemical treatment can harm the light scattering coefficient. However, the short fibre fraction rich in flake-like fines will compensate for the loss of light scattering induced by chemical treatment. This is confirmed by the similar opacity of the recombined pulp and the whole pulp.

Specific energy consumption

Jack Pine mechanical pulping is a high energy-consuming process that limits its further development. The introduction of chemical treatment before the primary refining or between the refining stages can reduce refining energy consumption, which is believed to be the result of the softening of wood chips and fibres [6, 65, 68].

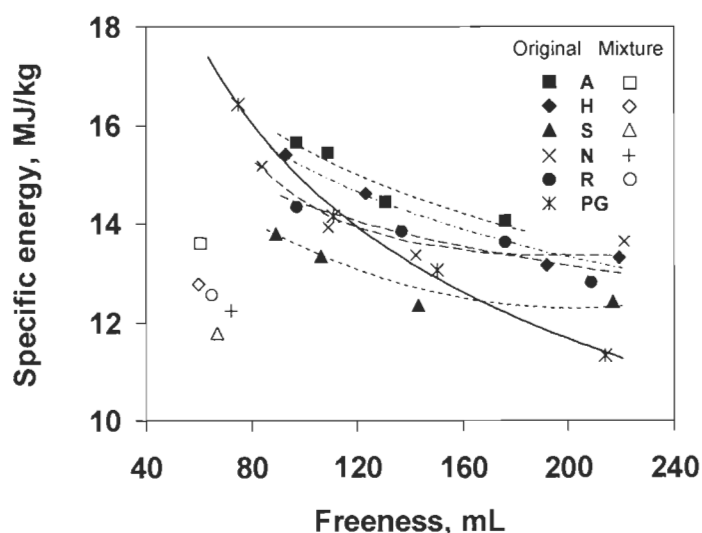


Figure 3.2 Specific energy consumption of selective refining, whole-pulp refining and recombined pulp expressed as a function of freeness for various chemically treated and untreated pulps. (Original refers to the pulp without adding the short fibres; Mixture refers to the recombined pulp adding the short fibres in the grey area.)

The total energy consumption of selective refining of Jack Pine long fibre fractions (with or without chemical treatment) is illustrated in Figure 3.2. Selective refining without any treatment can reduce specific energy consumption. Treatment with sodium sulfite can

reduce the energy consumption compared to long fibre refining without chemical treatment; however, alkaline peroxide and peracetic acid treatments increase the energy consumption while sodium borohydride has no marked reduction of refining energy. Further work will focus on the optimisation of chemical treatment conditions in order to maximize the reduction of refining energy consumption.

At the same time, Figure 3.2 shows the comparison of the energy consumption between whole pulp and the reconstituted pulp. It is noted that the recombined pulp (with different freeness from selective refining) consumes less energy than the pulp under the corresponding freeness from whole refining. The long fibre fraction seems to absorb the energy more efficiently during refining. These results support the statements indicating selective refining has the advantage of lower energy consumption over whole-pulp refining [125, 126]

Fibre length distribution

As shown in Figure 3.3, Jack pine selective refining shows interesting results. The R28+R48 content of the pulp with chemical treatment is lower, while its R14 content is higher than corresponding fractions of reference pulp without chemical treatment. Jack pine has thick cell wall, which makes it more difficult to deform and easier to crush during refining [10, 45]. Chemical treatment can increase the water retention value of fibres, improving the wet fibres' flexibility and the potential for deformation, thus a higher R14 fraction (8.4% shives and 18.2% coarse fibres) might be separated into fibres instead of being crushed or excessively shortened. This is supported by the fact that pulp with a relatively lower WRV treated with sodium borohydride and peroxide acid have less R14 content compared to pulp treated with sodium sulfite and alkaline peroxide as illustrated in Figure 3.4.

Compared to whole pulp, recombined pulp has a higher R14 and fines content, but a lower R28+R48 content as illustrated in Figure 3.3. This may result because R14 has already been crushed before the protecting effect of the fines in the primary pulp that distributes the stress of fibres.

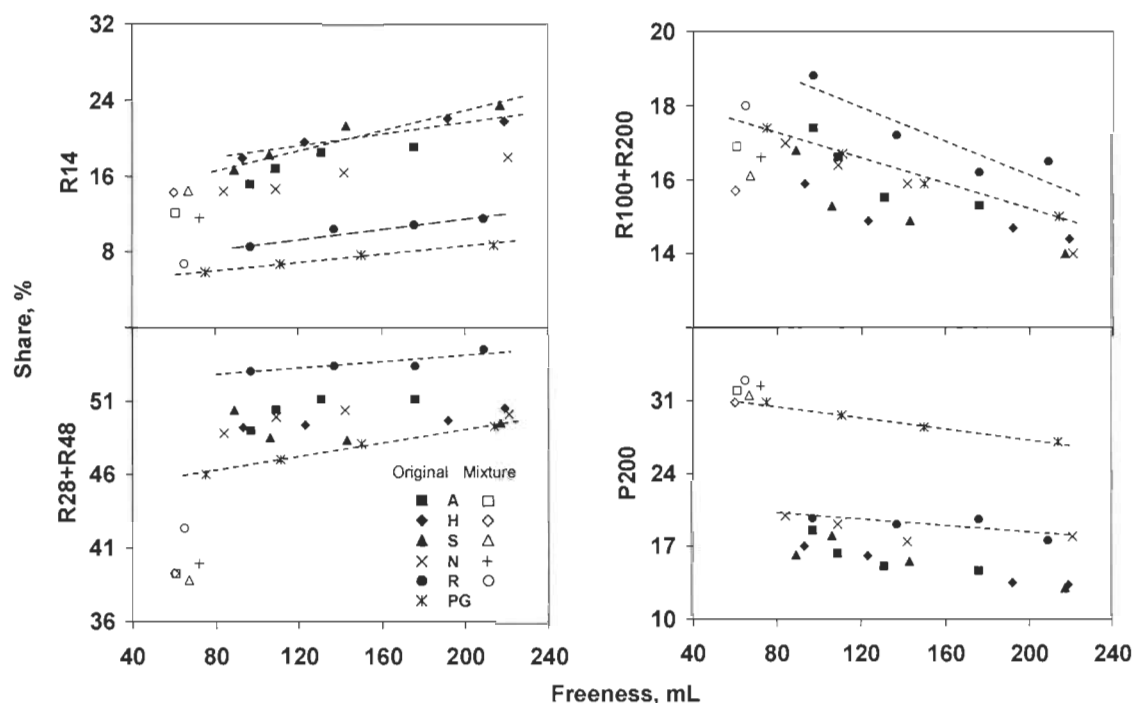


Figure 3.3 Fibre length distributions by Bauer McNett fraction as a function of freeness during selective and whole-pulp refining after chemical or non-chemical treatments

Water retention value

Water retention value (WRV) is an indicator of the capacity of fibres to retain water and swell, which can counter the fibre damage during refining. As illustrated in Figure 3.4, the added WRVs induced by mechanical and chemical treatments were evaluated. Chemical treatments can improve the WRV by generating new acidic groups on the fibres. Various chemical products can lead to different added WRV. Sodium sulfite and alkaline peroxide treatments give a higher added water retention value over sodium borohydride and peracetic acid. This also correlates well with the total charge added from the corresponding chemical treatments. The refined long-fibre fraction can reach higher added WRV due to a greater fibrillation effect of the selective refining compared to the whole-pulp refining.

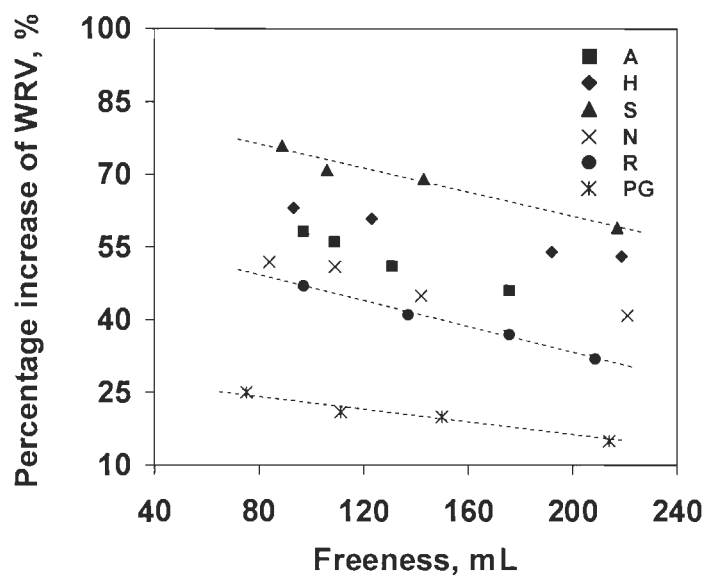


Figure 3.4 Percentage increase in WRV of pulp after the treatments

Fibre cell wall thickness and coarseness

Figure 3.5 shows how cell wall thickness of each fraction (R14, R28 and R48) decreases with the reduction of the coarseness, meaning fibres suffer from the effect of cutting and peeling-off during fibre development. These results support the findings of Karnis on the fibre development mechanism during mechanical pulping, namely, fibre comminution and fibre delamination and/or peeling-off may occur simultaneously [14]. From R14 to R48, the reduction of cell wall thickness leads to less and less reduction of coarseness, resulting in a more uniform peeling-off during fibre development. For R14, the fibre structure could be broken longitudinally, causing a part of the fibres being removed on the total length of the fibres instead of being peeled off, so the coarseness is reduced without affecting the wall thickness. When a uniform peeling of fibres occurs, both coarseness and wall thickness are reduced proportionally, as shown in the R48 fraction.

Selective refining with chemical treatment produces fibres with a lower coarseness and cell wall thickness, meaning more fibre splitting and peeling-off occurred. The cell wall thickness of fibres from the pulp treated with sodium borohydride decreases without too much reduction in coarseness, which seems to show that the fibres have a good response to refining, i.e. peeling of fibres accompanied by less fibre splitting.

In comparison to whole-pulp refining, the reduction of cell wall thickness leads to a lower reduction of coarseness (Figure 3.5) during selective refining. Removing short fibres from the pulp makes selective refining more intensive, resulting in more peeling-off than fibre splitting during fibre development.

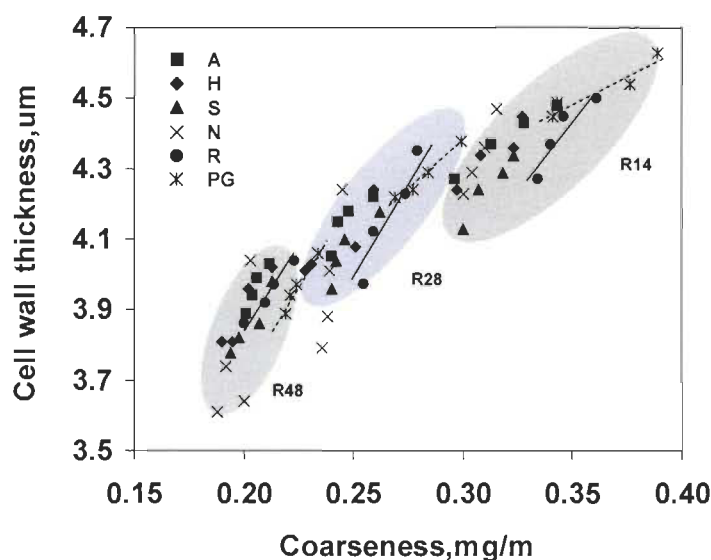


Figure 3.5 Fibre cell wall thickness versus fibre coarseness during selective and whole-pulp refining

Total and surface charge of pulps

The charge (total or surface) of cellulosic fibres arises from the dissociation of acidic groups. Weak carboxylic acid groups are the most common type of acidic group associated with hemicelluloses and pectins rich in uronic acid units [197]. However, new acidic groups can be introduced by some chemical processes, for instance, the generation of carboxylic acid groups by hydrolysis and oxidation present in APMP and strong sulphonic acid groups from sulphonation in CTMP [64, 194]. The acidic groups on fibres are important for fibre swelling and fibre bonding [198, 199]. Particularly, the acidic groups on the surface will directly affect fibre-to-fibre bonding in papermaking [164, 162].

The total charge results measured by conductimetric titration and surface charge measured by potentiometric titration as well as the surface/total charge ratio obtained from different pulp are presented in Table 3.5.

Table 3.5 Charge of fibres from selective refining and whole pulp

	Freeness (mL)	Total charge (mmol/kg)	Surface charge (mmol/kg)	Charge ratio (Surface/Total)
A	710 ^a	130.0	20.17	0.155
	176	128.9	32.67	0.253
	131	128.3	34.24	0.267
	109	129.8	36.54	0.281
	97	127.6	37.51	0.294
H	710 ^a	201.8	21.82	0.108
	219	200.8	41.39	0.206
	192	201.7	42.71	0.212
	123	201.7	43.86	0.217
	93	200.1	45.37	0.227
S	710 ^a	233.3	26.62	0.114
	217	233.5	38.94	0.167
	143	234.3	42.23	0.180
	106	232.9	45.31	0.195
	89	235.8	47.48	0.201
N	710 ^a	105.0	16.80	0.160
	221	105.3	26.10	0.248
	142	104.9	27.37	0.261
	109	104.3	28.15	0.270
	84	105.0	29.13	0.277
R	710 ^b	80.1	11.17	0.139
	209	81.1	15.88	0.196
	176	81.3	17.50	0.215
	137	79.4	18.00	0.227
	97	79.2	18.78	0.237
PG	650 ^c	95.9	21.15	0.221
	214	96.5	22.03	0.228
	150	93.8	23.76	0.253
	111	95.8	24.18	0.260
	75	93.7	26.19	0.280

Note: a refers to the long fibre fraction with various chemical treatments after primary refining; b refers to the long fibre fraction without chemical treatment; c refers to the pulp after primary refining.

The long fibre fraction has a lower surface charge and total charge than the parent whole fibres. The reason for this might be that the short fibre fractions removed from the whole

pulp contain fines with a greater specific surface area and higher pectin material mainly located in the middle lamella, which is one of the important sources of anionic groups in wood (mainly esterified galacturonic acid) [197]. The removal of fines thus decreases the charge in the long fibre fraction. As shown in Table 3.5, the total charge and surface charge of long fibres are improved by all the applied chemical agents; nonetheless, they each have a different efficacy. Sodium sulfite and alkaline peroxide can both improve fibre charge more than sodium borohydride and peracetic acid, which react by reduction and oxidation respectively. Moreover, the surface/total charge ratio of sodium borohydride and peracetic acid is higher than that of sodium sulfite and alkaline peroxide, which seems to correspond to the effect of surface modification. In addition, refining mainly changes the surface charge of fibres instead of the total charge with decreasing pulp freeness as listed in Table 3.5. This supports the effect of beating on unbleached Kraft pulp [200].

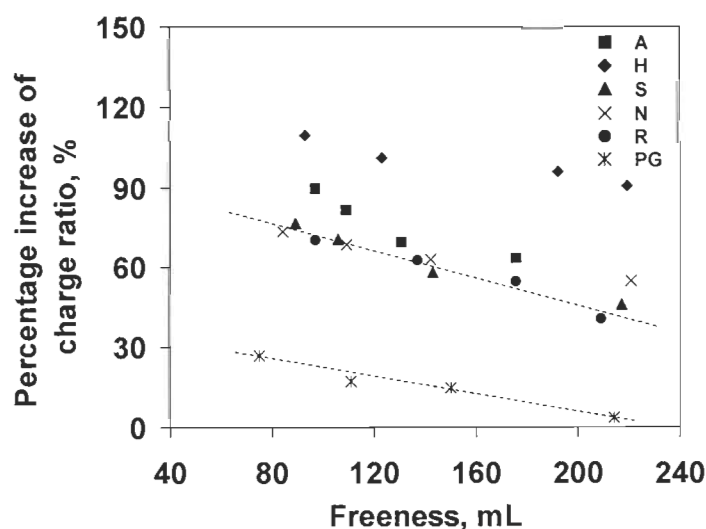


Figure 3.6 Percentage increase in the ratio of surface charge to total charge during refining

Refining does not modify the total charge and the fibre surface charge value is mainly contributed from the surface area of fibres. By ignoring the influence of total charge on the surface charge, the ratio between the surface charge and the total value was used to reflect, to some extent, the refining force applied on the fibres and the fibrillation of the fibres. As shown in Figure 3.6, the selective refining of pulp has a higher percentage increase in the ratio of surface charge to total charge ratio than whole pulp, which

supports the statement mentioned previously that the fibres in selective refining are more reactive than the ones in whole-pulp refining. At the same time, the percentage increase in the ratio of surface charge to total charge from the pulp with chemical treatment is relatively higher. Thus, it seems that chemical treatment can facilitate the subsequent refining, but more work will be needed to give further explanations.

Remarks

Compared to pulps without chemical treatment, various chemical treatments can have different effects on the selective refining of the long fibre fractions in terms of specific refining energy consumption and handsheet properties. For the sodium sulfite treatment, the refining energy is reduced and tensile strength improved, but there is a negative impact on optical properties. For alkaline peroxide, a pulp with good brightness and tensile strength can be attained, but a little more energy was consumed. After sodium borohydride treatment, the fibre development shows a positive response to refining and the physical and optical properties improved to some degree, but there are no energy savings. For peracetic acid treatment, no evident benefits on refining energy and paper properties can be achieved. Thus, considering the high energy-saving potential which could compensate the additional energy consumption involved in fractionation, chemical treatment and recombination, the sodium sulfite treatment could be a good choice for further research. Regarding paper properties, alkaline peroxide shows a unique advantage over the other chemical treatments used in this experiment in terms of fibre development. Treatment with sodium borohydride can avoid over-cutting fibres during refining, so this product family can be considered as another option for further research. Peracetic acid treatment did not show a good potential to improve pulp and reduce energy consumption and is not a good candidate for further research.

Selective refining with chemical treatments will also involve additional energy consumption, i.e., chemicals, dewatering the stock as well water removal in the dryer section. However, this procedure, especially with sodium sulfite treatment, possibly has the potential to reduce the overall energy consumption of the refining, one of the most energy-intensive sections in pulp and paper industry. Certainly, the comprehensive

balance of overall energy consumption is needed in the future to evaluate whether this procedure will increase the carbon footprint.

Conclusions

For Jack pine mechanical pulp, selective refining can reduce refining energy consumption compared to whole-pulp refining. Selective refining can facilitate the delamination and peeling-off of fibres as well as fibre cutting, which generates pulp with a better tensile strength and less tear strength. Selective refining can produce pulp with a relatively higher fraction of P14/R48. Additionally, selective refining increases the water retention value and charge of the fibres which has a positive impact on fibre bonding.

From the point of view of refining energy reduction, sodium sulfite has the best potential for further research.

Acknowledgements

The financial support from the NSERC and the contribution of technicians Alain Marchand and Pierre Gendron to this research is deeply appreciated.

Quality Impacts of Chemical Treatments and Selective Refining of Jack Pine TMP Long Fibres

Youfeng Lin¹, Robert Lanouette²

¹ Ph.D. Student

² Professor and Corresponding author (robert.lanouette@uqtr.ca)

Lignocellulosic Material Research Centre

Université du Québec à Trois-Rivières, C.P. 500

Trois-Rivières (QC) G9A 5H7

Summary

The long fibre fraction from TMP primary pulp was treated with different chemicals prior to selective refining. Using handsheet test results, impacts on pulp quality was evaluated by comparing with refined whole-pulp and mixed pulps from selective refining. The results show chemical treatments, particularly with sodium sulphite, can enhance tensile strength and reduce rejects content and surface roughness; however, they decrease tear strength, handsheet bulk and light scattering coefficient. The mixed pulps after selective refining and chemical treatments have better bonding strength and surface smoothness than the whole-pulp but lower light scattering coefficient. By back-combining with the short-fibre fractions the significant loss of opacity of mixed pulps could be avoided.

KEYWORDS: Jack Pine, Long fibre, Fractionation, Selective refining, Chemical treatment, Sodium sulphite, Alkaline peroxide, Sodium borohydride, Peracetic acid

Introduction

Jack pine (*Pinus banksiana* Lamb.) is one of the most widespread commercial tree species in Canada, representing about 20.4% of conifer wood species [1]. For a long time, it has been considered an undesirable mechanical pulp mills wood species, primarily for some well-known reasons such as pitch deposit, high energy consumption and poor strength properties. These problems are clearly related to the specific wood

characteristics; Jack pine has high extractives content, high fibre wall thickness of summer wood and a high summer/spring wood ratio. In order to promote the use of Jack pine in mechanical pulping, some laboratory and pilot trials have been carried out over the past thirty years using techniques such as TMP [8, 45], CTMP [11] and APMP [65] as well as refining with inter-stage treatments like OPCO [6] and AP-TMP [68, 70].

Pulp can be fractionated into two or more fractions, each having different characteristics and responding differently to subsequent processes. Hence, separate mechanical or chemical treatments to each fraction may provide benefits over treatments to the whole pulp [201]. For example, selective refining of long-fibre fractions, leaving the short-fibre fractions virtually untouched, should improve the bonding ability of the re-combined pulp without affecting the surface or optical properties. At the same time, it should be possible to reduce refining energy compared to whole-pulp refining. Previously [125, 126], we have shown that selective refining can considerably reduce the refining energy of TMP and improve the light scattering properties of pulp while sacrificing only a small portion of other physical properties. Fractions can be individually improved using chemical treatments, e.g. sulphonation or oxidation [134]. Compared to mechanical refining alone, refining with chemical treatment can increase the conformability of fibres, enlarging the contact surface between fibres and thus improving the physical properties of pulp. However, chemical treatment may also have some disadvantages such as decreasing yield, bulk or opacity of the pulp. It is therefore necessary to maximize benefits and minimize drawbacks by applying more intense treatments to fractions with coarser or less developed fibres.

In earlier pilot-scale experiments on selective refining [202] of Jack pine pulp, we evaluated the potential to reduce refining energy. At the same time, we also analysed the fundamental fibre properties such as Bauer McNett classification, water retention value, cell wall thickness, fibre coarseness and fibre charge to further understand the different response of fibres to selective refining and whole-pulp refining. The results showed that selective refining with chemical treatment on long fibres can reduce the refining energy requirement, and also can promote Jack pine fibre development, including increased fibre charge and decreased cell wall thickness. Nevertheless, the influence on paper

qualities brought by different fibre responses to selective refining and whole-pulp refining was not analysed. In this paper we present the results related to physical and optical properties of paper made from Jack pine mechanical pulp with selective refining in combination with various chemical treatments.

Experimental

Material

The Jack Pine (*Pinus banksiana* Lamb.) used in this research was obtained from the northern Mauricie region in the province of Quebec. Jack pine logs were chipped in the local chipper mill. Before refining, the wood chips were screened with Rader disc screens (Rader Company Inc.) to remove over-thick chips and fines, then washed and drained.

Pulp preparation

The general process of the pilot scale experiment, consisting of refining, fractionation, chemical treatment and pulp blending steps is illustrated in Figure 3.7. Three categories of pulps, viz. refined whole-pulp, selective refining long fibre pulp (including pulps with and without chemical treatments) and the corresponding recombined pulps (recombine with short-fibre fractions), were produced.

The Metso CD300 pilot refiner at the Lignocellulosic Material Research Centre (LMRC) in Trois-rivières was used to carry out the two-stages refining including primary stage refining and second stage refining. To produce primary pulp, Jack pine chips were initially pre-steamed at atmospheric pressure, then fed, using a plug-screw into the preheater at 262 kPa for 5 minutes, and finally they were refined at about 138 °C at a production rate of approximately 0.59 kg/min and 26% discharge consistency. The specific energy consumption for primary refining is 5.86 MJ/kg. Second stage refining was performed under atmospheric conditions and with a measured discharge pulp consistency around 9% to 15%. The freeness of the second-stage pulps was controlled by systematically adjusting the refiner plate gap during a single pass refining process.

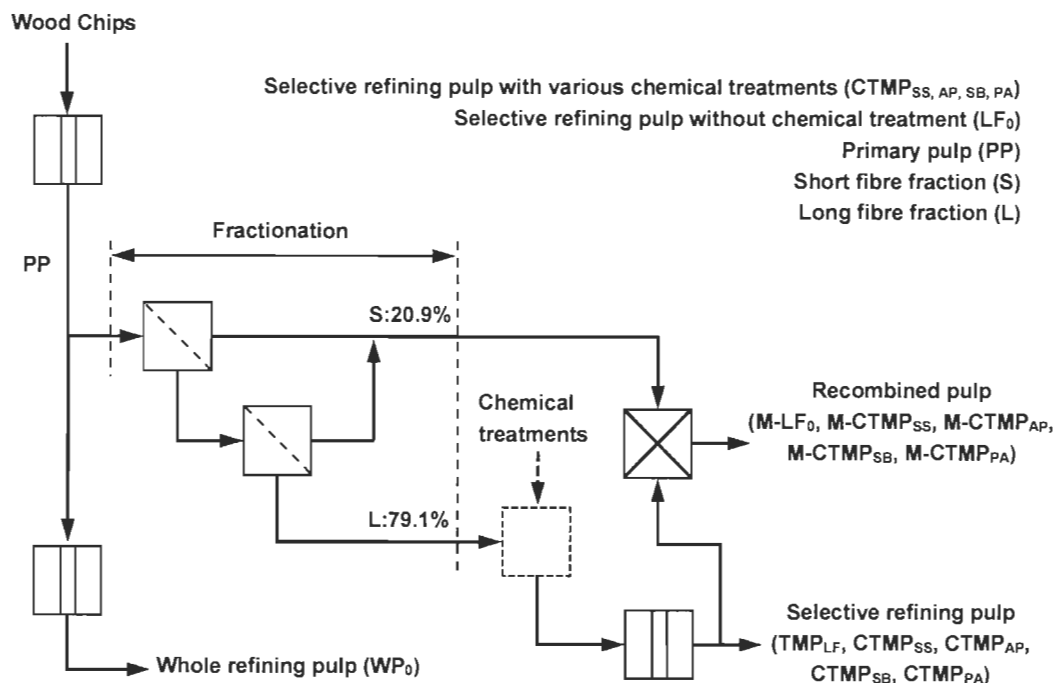


Figure 3.7 General schematic of the procedure composed of refining, fractionation, chemical treatment and blending used in this pilot scale experiment. The subscripts SS, AP, SB, PA refers to different chemical treatments (Table 3.6)

The fractionation procedure used was that proven to be effective by Ferluc et al [15]. A Black Clawson model 8P pressure screen equipped with a two-foil open rotor rotating at a tangential speed of 20 m/s was used to produce two fractions: a short-fibre fraction and a long-fibre fraction. The process consisted of a two-stage cascade configuration as illustrated in Figure 3.7, using a 0.25 mm smooth hole basket. The feed consistency was 1% for the two stages, and the volumetric reject rate was 25%. In order to evaluate the general influence of the short-fibres fraction on the properties of recombined pulp and to compare the difference of properties from recombined pulp and whole-pulp refining pulp, the selectively refined pulps with the freeness around 100 mL were recombined with the unrefined short-fibre fractions to recreate a pulp according to the fractionation mass ratios indicated in Figure 3.7.

The long-fibre fractions were chemically treated in an inter-stage reactor. The detailed chemical treatment conditions and the corresponding acidic group content of the long

fibres after the chemical treatments are listed in Table 3.6 with the corresponding pulp codes- SS, AP, SB, PA..

Table 3.6 Chemical treatment conditions and their corresponding acidic group content before selective refining (chemical treatments all at 30% consistency)

Treatment code	Time [min]	Temp [°C]	Chemical levels	Acidic group [mmol/kg]
Long Fibre fraction untreated (LF)	--	--	Without Chemical treatment	80
Sodium Sulphite (SS)	60	130	10% Na ₂ SO ₃	233
Alkaline Peroxide (AP)	60	90	3.9% NaOH, 5% H ₂ O ₂ (3% Silicate, 0.25% DTPA, 0.05% MgSO ₄)	202
Sodium Borohydride (SB)	60	90	12% NaBH ₄	105
Peracetic Acid (PA)	60	90	3.5% CH ₃ CO ₃ H (0.5% DTPA)	130
Whole Pulp untreated (WP ₀)	--	--	Without Chemical treatment	96

Pulp and handsheets properties

Latency was removed from all pulp samples using the Domtar disintegrator according to PAPTAC method C.8P. The fibre distribution was characterised with a Bauer-McNett (BMN) apparatus, using 10 g (O.D) pulp sample, in agreement with PAPTAC method C.5U. The reject content was determined using a Pulmac Master Screen (0.004 in.). The acidic group contents including carboxylic group and sulfonic group of the pulp samples were determined by the Metrohm (Brinkmann) titrator and conductivity meter (Thermo Orion, model 150), using a conductometric titration technique described in the literature [196]. The drainability of the pulps was determined as Canadian Standard Freeness in accordance to PAPTAC method C.1. The mean fibre length of pulp was measured by Fibre Quality Analyzer (OpTest Equipment, Canada).

Handsheets of 60 gsm basis weight were prepared using a British sheet-mould former in accordance with PAPTAC method C.4 and then were kept in the conditioning test room prior to the analysis according to PAPTAC methods A.4. Handsheet roughness (top-side) was tested in accordance with PAPTAC standard D.15U. Tensile index, tear index and burst index were measured according to PAPTAC method of D.34, D.9 and D.8, respectively. Zero-Span tensile strength of Pulp was measured according to PAPTAC standard D.27U (Pulmac Zero-Span Method). The brightness and the opacity of the handsheets were determined in accordance with PAPTAC method E.1 and E.2, respectively. The light scattering coefficient and the light absorption coefficient were determined according to TAPPI T1214 method. The optical instrument color Touch PC (Technidyne Corp., USA) was used to evaluate the optical properties of the handsheets.

Results and discussion

Fibre distribution after fractionation

The fibre distribution after a two-stage screen is shown in Figure 3.8. The fractionation appears quite effective as the long fibre fraction is mainly composed of R48 fibres (R14+R28+R48) and the short-fibre fraction contains mostly P48 fibres (R100+R200+P200), particularly the fines.

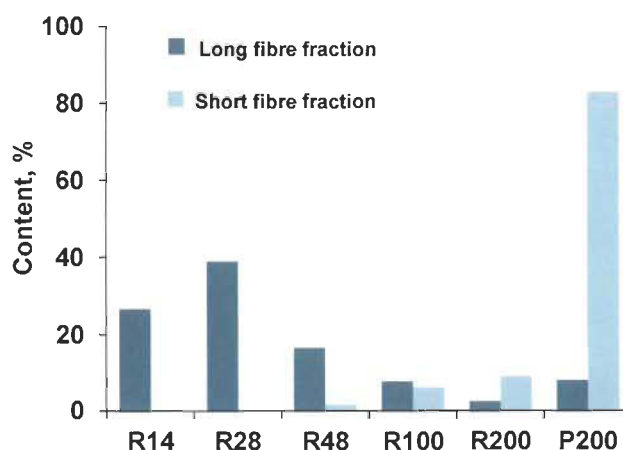


Figure 3.8 BMN fibre distribution of long-fibre fraction and short fibre-fraction after fractionation of primary refining pulp

Pulp rejects

Figure 3.9 shows a comparison of the rejects content of pulps after different refining and chemical treatments. Chemical treatments can effectively reduce the rejects and this can be explained by the fact that chemical treatment can increase water retention values, improving the wet-fibre flexibility and potential for deformation, thus causing more coarse fibres to be fragmented into smaller fibres [202]. However, among various the chemical treatments, the rejects content does not vary greatly, particularly at low freeness, as shown Figure 3.9.

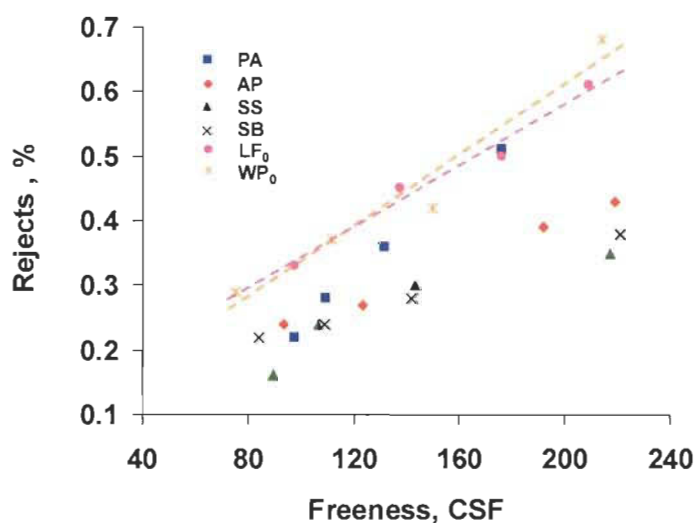


Figure 3.9 Rejects (Pulmac 0.004”) of pulp from various chemical treatments and levels of refining

Handsheet bulk

High bulk is one of the most essential properties of mechanical pulp, being particularly important in application such as packaging paperboard. Figure 3.10 shows that chemical treatments can significantly reduce handsheet bulk, especially the treatments by alkaline peroxide (AP) and sodium sulphite (SS). These particular chemical treatments can generate more acidic groups of fibres including carboxylic group and sulfonic group on the pulp fibre (Table 3.6). These hydrophilic groups can draw additional water into the cell wall to swell and soften the fibres, making fibres more flexible and conformable, which can increase the inter-fibre bonding and thus low bulk of handsheets. Compared to pulp from whole-pulp refining, recombined pulps from selective refining pulps with

chemical treatment have lower bulk; however, the bulk of recombined pulp without chemical treatment is similar to that of whole-pulp refining pulp. This indicates that selective refining has no impact on the bulk - freeness relationship.

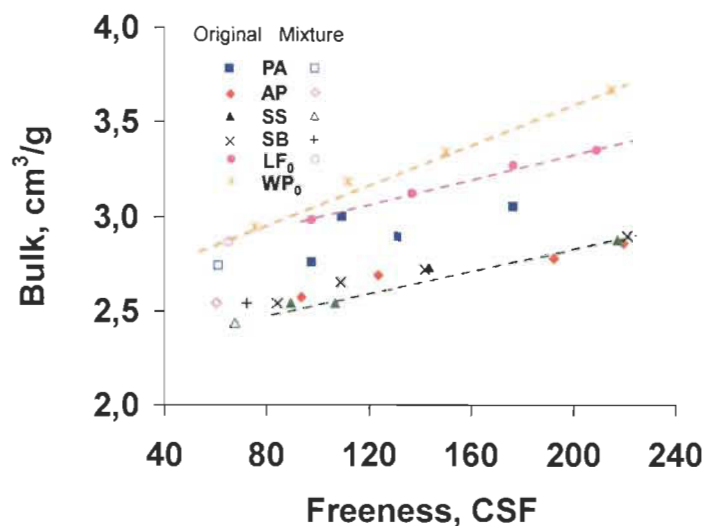


Figure 3.10 Bulk of original and recombined pulps. (Original refers to the pulp without adding the short fibre. Mixture refers to the recombined pulp with the short fibres.)

Surface property

Surface smoothness is an important property contributing to printing quality. Jack pine is characterised by its thick-walled fibres, which can have a negative influence on the surface property of paper. As illustrated in Figure 3.11, compared to non-chemical treatment, surface roughness of handsheets slightly decreases after chemical treatments, which could be connected to the effect mentioned above that chemical treatments make fibres more flexible. After adding short-fibres fraction back to long-fibres fraction to create the recombined pulp, the roughness of selectively refined pulp drops quickly due to the fines which can fill the surface undulations of handsheets of long fibres. On the other hand, compared to whole-pulp refining pulp, the recombined pulp has lower roughness, which might be associated with the better fibre collapse from lower coarseness during selective refining [202].

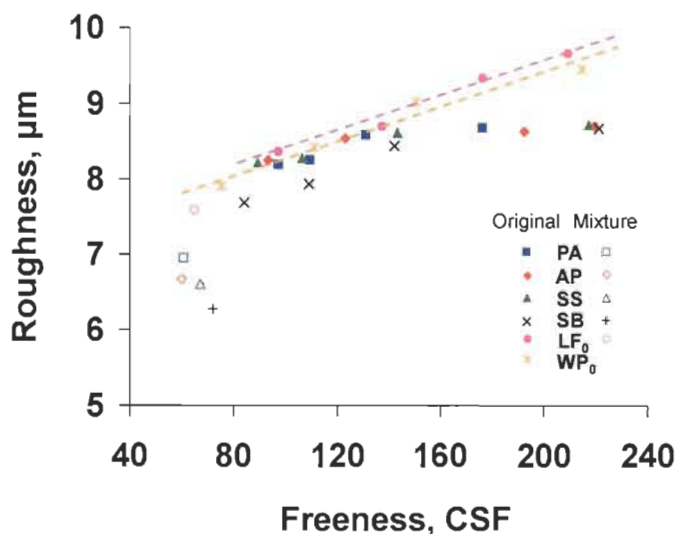


Figure 3.11 Roughness of original and recombined pulps (980 kPa of clamp pressure and soft head)

Physical properties of pulp

In Figure 3.12, tensile index is shown as a function of freeness. Compared to non-chemical treatment, chemical treatments can increase the tensile strength of pulp to various degrees. Sodium sulphite and alkaline peroxide treatments are superior to peracetic acid treatment and sodium borohydride treatment. Again, these results can be explained by the increase of fibre charge after chemical treatments [202], resulting in a positive effect on inter-fibre bonding and also enhancing the water retention values of fibres in favour of increasing fibre flexibility. Moreover, as previously mentioned [202], the fibres with higher total fibre charge can expose more surface charge during refining, which also can be helpful in improving the tensile index. During selective refining, due to the removal of short fibres, long fibres could receive more force from the refiner and thus can be more easily been delaminated, leading to a lower cell wall thickness [202], making fibres more flexible which most likely accounts for better tensile strength in recombined pulp rather than that of whole-pulp refining pulp, as shown in Figure 3.12. This suggests that the gain of pulp tensile strength can be obtained through chemically treating long-fibres fraction after fractionating the whole pulp. The comparison between separately chemically treating long-fibres fraction and chemically treating whole pulp will also be on-going in our next series of studies.

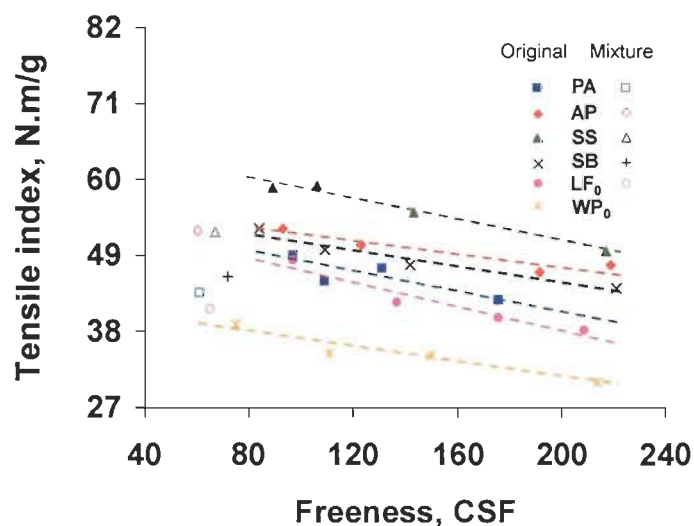


Figure 3.12 Tensile index of original and recombined pulps

Figure 3.13 shows that different chemical treatments give rise to different levels of decrease in the tear index. Treatment by alkaline peroxide, peracetic acid and sodium borohydride lead to a slight decrease of tear strength whereas the treatment by sodium sulphite results in a significant reduction in the tear index.

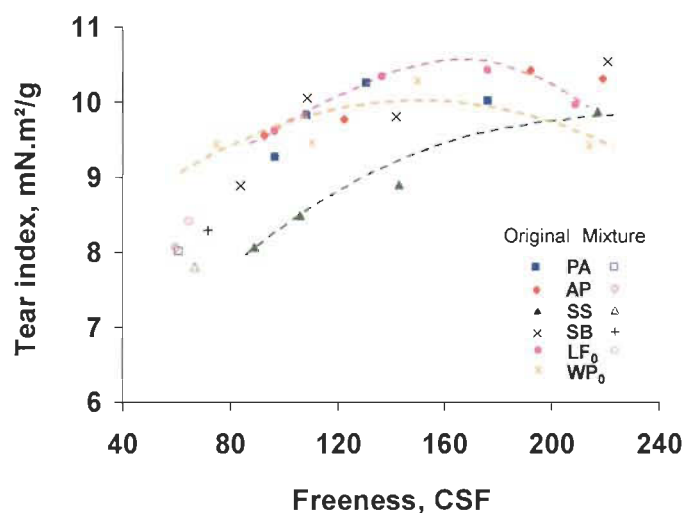


Figure 3.13 Tear index of original and recombined pulps

As is well known, fibre length and fibre bonding ability are essential properties which influence the tear strength of pulp. The chemical treatments do not have a major effect on fibre length and based on the results shown in Figure 3.12, the bonding ability of the chemically treated pulps actually increase. Thus, the decrease in tear index could be attributed to fibre breakage rather than pull-out during fracture [203], which is involved

with the higher sheet density and better inter-fibre bonding because of more flexible fibres after chemical treatments [171].

Commonly, the zero-span tensile strength is regarded as an indicator of fibre strength. In Figure 3.14, the zero-span tensile strength is plotted against freeness. With selective refining, the pulps produced with chemical treatments have higher zero-span strength than those produced without chemical treatment. This may be attributed to the increase of inter-fibre bonding from chemical treatments, because the zero-span strength increases slightly with decreasing pulp freeness, although, according to the research of Seth [204], bonding has little effect on zero-span strength. However, the zero-span strength results certainly suggest that the crystal structure of the cellulose was not damaged by the chemical treatments. For the recombined pulps, the zero-span strength from the pulps with chemical treatments is higher than the whole-pulp refining pulp. Normally, the short-fibres fractions will bring negative effect on zero-span to recombined pulp, however, in this case, the drop-off may be mainly due to more fibre damage caused by more delamination and peeling-off during selective refining considering that the whole-pulp refining pulp has already contained similar short-fibres fraction as the recombined pulp.

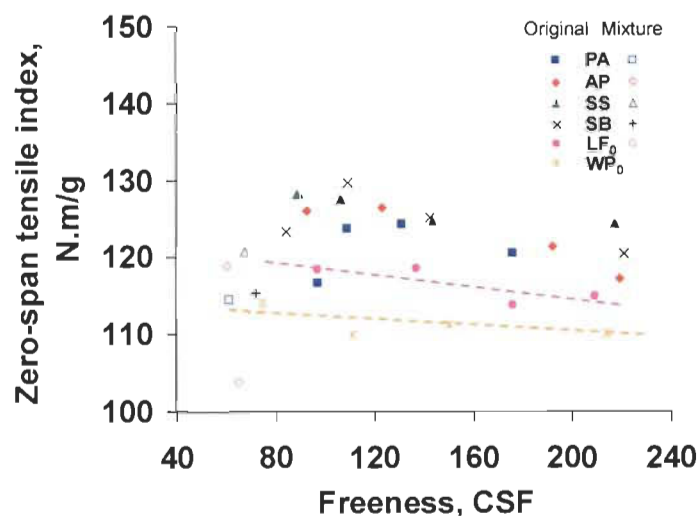


Figure 3.14 Zero-span tensile strength of original and recombined pulps

Optical properties of pulps

As well known, the chemical agents used in this study can improve the brightness of pulps because of their ability to modify the lignin chromophores and remove extractives, effectively bleaching the pulp or at least reducing the absorption coefficients of the pulp [205]. As expected, and as shown in Figure 3.15, the different chemical treatments have different impacts on pulp brightness. After the treatments of sodium borohydride and alkaline peroxide, pulp brightness can be enhanced. Treated by alkaline peroxide, pulp brightness increased from 48%ISO to above 64%ISO, which confirms the result from previous study that pre-treatment by alkaline peroxide on TMP rejects can significantly improve pulp brightness [171]. On the contrary, peracetic acid and sodium sulphite treatments decrease the brightness.

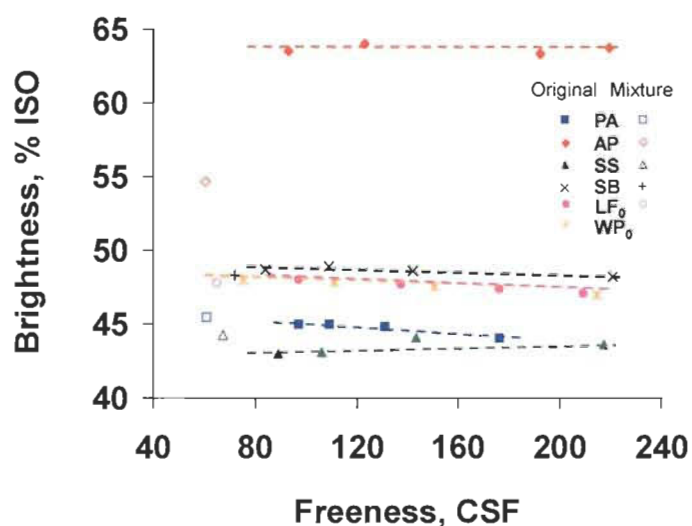


Figure 3.15 Brightness of original and recombined pulps

Good light scattering ability is an important advantage of mechanical pulp, which makes the high opacity quite valuable in printing grade paper. As illustrated in Figure 3.16, for selective refining of long fibres, chemical treatments decrease light scattering significantly. The reduced bulk as the consequence of more flexible fibres and higher increased inter-fibre bonding after chemical treatments, which negatively impacts the light scattering, is an important factor [186]. In conjunction with Figure 3.12 we see that the pulp treated by sodium sulphite possesses lowest light scattering coefficient and highest bonding strength. As expected, adding the short-fibres fractions back in the

combined pulps increases the light scattering coefficient. This is because the non-chemically treated short-fibre fractions, rich in flake-like fines verified by SEM [206] mainly containing ray cells and fibre fragments detached from the outer layers of the cell wall, have considerable contribution to light scattering properties of paper. However, all the mixtures produced with the chemically treated long fibres still have a lower scattering coefficient than the refined whole pulp and the selectively refined mixture without chemical treatment, as shown in Figure 3.16.

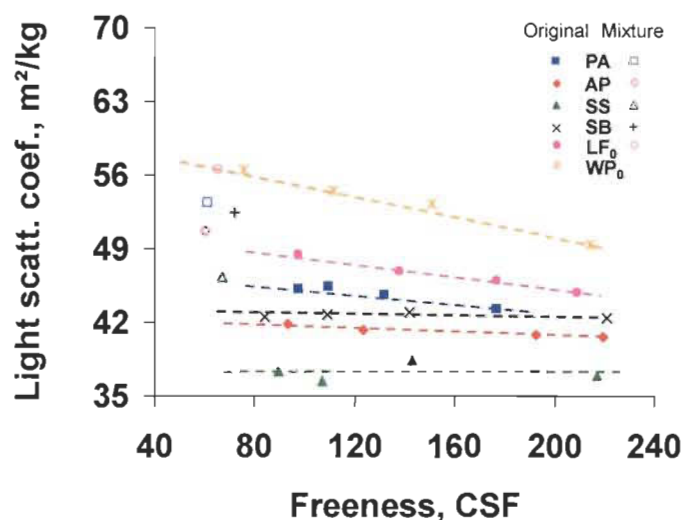


Figure 3.16 Light scattering properties of original and recombined pulps

Comparison of recombined pulps and whole-pulp refining pulp

In Table 3.7, the comparison of properties of refined whole-pulp pulp and recombined pulps is presented. Compared to refined whole-pulp, selective refining with recombining can produce pulp at a similar freeness with less refining energy. Different chemical treatments have different effects on specific energy consumption. Among these treatments, sodium sulphite proved to be most effective in reducing the refining energy. Table 3.7 also shows that the recombined pulp from selective refining, with chemical treatments, has higher tensile index and burst index than whole-pulp refining pulp due to more conformable and flexible fibres produced during selective refining; however, it is accompanied by lower bulk and tear index in spite of no apparent fibre shortening. Whole-pulp refining can produce pulp with a higher light scattering coefficient than that

of the mixed pulps from selective refining and chemical treatments; however without chemical treatment, the recombined pulp can maintain relatively high opacity. Thus, considering the high potential of refining energy savings and the improvement of bonding strength among various chemicals, as shown in Table 3.7, sodium sulphite treatment could be a good choice for further research of chemical treatment on long-fibre fractions of Jack pine.

Table 3.7 Comparative results from whole-pulp refined pulp and reconstructed pulp

Properties	WP ₀	M-LF ₀	M-CTMP _{PA}	M-CTMP _{SB}	M-CTMP _{AP}	M-CTMP _{SS}
Freeness [CSF]	75	65	61	72	60	67
Specific energy [MJ/kg]	16.4	12.6	13.6	12.3	12.8	11.8
Fibre length [mm]	1.71	1.64	1.65	1.73	1.81	1.76
Bulk [cm ³ /g]	2.94	2.86	2.78	2.56	2.56	2.44
Roughness [μm]	7.90	7.59	6.95	6.27	6.68	6.62
Tensile index [N·m/g]	39.0	41.2	43.6	46.0	52.5	52.4
Tear index [mN·m ² /g]	9.43	8.40	8.01	8.29	8.05	7.80
Burst index [kPa·m ² /g]	2.48	2.52	2.69	2.72	3.07	3.08
Brightness [% ISO]	47.9	47.7	45.4	48.3	54.6	44.2
Light Scattering Coeff. [m ² /kg]	56.4	56.4	53.3	52.4	50.7	46.3
Light Absorption Coeff. [m ² /kg]	5.93	6.35	6.77	6.78	3.85	6.92
Opacity [%]	97.6	97.7	97.6	97.5	95.0	97.3

Conclusions

For Jack pine mechanical pulp, selective refining of the long fibre fraction with chemical treatment can produce a recombined pulp with greater tensile strength and better surface smoothness, but less tear strength than whole-pulp refining. Selective refining does not have apparent impact on the optical properties of pulp.

Compared to the non-treated case, selective refining with chemical treatments can lower pulp reject content and improve surface smoothness and tensile strength without reducing zero-span tensile strength. Chemical treatments can present a negative impact on bulk and the light scattering index; however, by adding the short fibre fraction from primary pulp without chemical treatment back into selective refining pulps, the loss of light scattering coefficient of the recombined pulps after chemical treatment can be alleviated to some extent. Among various chemical treatments, treatment with sodium sulphite demonstrates certain advantages over the others in the form of refining energy savings and increased tensile strength.

Acknowledgements

The authors want to express sincere appreciation to the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) for the financial support and to Mr Alain Marchand and Mr Pierre Gendron for their assistance throughout this project.

Chapitre 4 - Optimisation du raffinage sélectif à partir de fibres longues sulfonées de pin gris

D'après des essais préliminaires du chapitre précédant, nous avons pu entrevoir les avantages amenés par l'utilisation d'un raffinage sélectif combiné à un traitement chimique, particulièrement la sulfonation, pour produire une pâte mécanique de pin gris avec une meilleure résistance à la rupture à un coût moindre en énergie. Certaines questions se posent cependant lors du raffinage avec traitement chimique : quelles conditions de sulfonation sont optimales pour traiter les fibres longues de pin gris et quels impacts ont-ils sur les propriétés des feuilles et les caractéristiques des fibres au cours du raffinage sélectif.

Pour répondre à ces questions, nous avons effectué une étude d'optimisation sur la sulfonation des fibres longues avant un raffinage sélectif. Les résultats de cette étude ont été présentés à la conférence annuelle de l'ATPPC et à la conférence IMPC (International Mechanical Pulping Conference). Pour la réalisation de cette étude, un plan d'expérience a d'abord été utilisé pour optimiser le pH, le temps de traitement et la charge en sulfite de sodium par rapport à quatre variables réponses choisies : l'énergie spécifique de raffinage, l'indice de rupture, l'indice de déchirure et le coefficient de diffusion de la lumière. La température de sulfonation a été fixée à 130°C conformément à ce qui se retrouve le plus fréquemment dans l'application du traitement par sulfonation. Des modèles statistiques ont été établis par une régression pas à pas de façon à éliminer les variables les moins significatives pour par la suite établir des modèles satisfaisants avec la méthode standard des moindres carrés. Les résultats découlant de cette optimisation démontrent que les modèles obtenus sont significatifs en ayant un haut coefficient de détermination, ce qui indique que la plupart des variations expérimentales sont expliquées par les modèles. Selon les modèles obtenus, un pH élevé peut augmenter les propriétés physiques, mais réduit le coefficient de diffusion de la lumière et requièrent plus d'énergie de raffinage. Un haut dosage de sulfite de sodium améliore la résistance à la traction et réduit l'énergie de raffinage, en sacrifiant la résistance à la déchirure et le coefficient de diffusion à la lumière. L'augmentation du

temps de sulfonation sur les fibres longues diminue d'énergie lors d'un raffinage sélectif, améliore la résistance à la déchirure, mais réduit l'indice de résistance à la traction et le coefficient de diffusion de la lumière. L'interaction du pH et du temps de traitement a un impact positif sur l'énergie de raffinage et une influence négative sur la résistance à la déchirure et sur le coefficient de diffusion à la lumière de la pâte. À l'aide du profil de contour des modèles qui ont été établis, les conditions optimales de sulfonation sur les fibres longues avant un raffinage sélectif ont été déterminées, soit un pH de 11, 30 minutes de temps de sulfonation et 4% de charge en sulfite de sodium à une température de 130°C. Sous ces conditions, les résultats prédits par les modèles montrent une bonne corrélation avec les valeurs expérimentales sauf pour l'indice de déchirure.

À la suite de l'optimisation des conditions de sulfonation basée sur l'énergie de raffinage et les propriétés de feuilles comme variables réponses, des modèles ont été construits pour investiguer l'effet des conditions de sulfonation sur les caractéristiques des fibres telles que les groupements acides et la masse linéique. En même temps, trois procédés de mise en pâtes chimico-mécaniques ont été comparés : application de sulfite de sodium sur les fibres longues après fractionnement, sur les fibres entières et directement sur les copeaux. L'objectif de cette partie était d'étudier la consommation énergétique et les comportements des fibres pour ces trois procédés sous les conditions de sulfonation optimales. Les surfaces de réponse des modèles montrent qu'un haut pH et un haut dosage de sulfite de sodium sont favorables à la production de pâtes avec plus de groupements acides. Le traitement sur les fibres longues à pH élevé et un long temps de traitement peut décroître la masse linéique durant le raffinage sélectif subséquent. Pour produire une pâte chimico-mécanique de pin gris, le raffinage sélectif demande moins d'énergie de raffinage par rapport au raffinage de pâte entière. Le raffinage peut faciliter la délamination et l'épluchage des fibres, ce qui génère une pâte avec une meilleure résistance mécanique que celle provenant de la sulfonation de pâte entière en traitement interstade. De plus, le raffinage sélectif peut aussi produire une pâte avec une fraction Bauer McNett R14/R28 plus grande et des fines caractérisées par un volume spécifique de sédimentation plus faible.

Optimization of Selective Refining of Sulfonated Long Fibres from Jack Pine: Refining Energy and Pulp Properties

Youfeng Lin, Robert Lanouette*

Centre Intégré en Pâtes et Papiers, Université du Québec à Trois-rivières

C.P. 500, Trois-Rivières, QC, G9A5H7

* Corresponding author: Robert.Lanouette@uqtr.ca

Abstract

In this paper, the sulfonation conditions of the long fibres of Jack pine thermomechanical pulp were studied. Experimental design was used to optimize sulfonation treatment conditions (pH, time and dosage of sodium sulfite) with respect to specific energy, tensile index, tear index and light scattering coefficient during selective refining of sulfonated long fibres from Jack pine. The research concluded that the obtained models were important enough to analyze and then optimize the impacts of various factors on the four targeted responses variables. With these models, satisfactory operating conditions could be recommended.

Résumé

Cet article présente une optimisation des conditions de traitement par sulfonation des fibres longues de pin gris obtenues par fractionnement d'une pâte thermomécanique de premier stade. Un plan d'expérience a été utilisé pour optimiser le pH, le temps de traitement et la charge en sulfite par rapport à quatre variables réponses choisies : l'énergie spécifique de raffinage, l'indice de rupture, l'indice de déchirure et le coefficient de diffusion de la lumière. Des modèles significatifs ont été obtenus et ont permis d'analyser, puis d'optimiser les conditions de traitement. Des conditions de traitement ont ainsi été choisies pour la poursuite de l'étude.

Introduction

Representing about 20.4% of conifer wood, Jack pine (*Pinus banksiana* Lamb.) is an important commercial tree species in Canada [1]. Jack pine characteristics include high extractive content, high fibre wall thickness of summer wood and high summer/spring wood ratio, causing some problems such as pitch deposits, high energy consumption and poor strength properties. These poor characteristics limit the widespread use of Jack pine for high-yield mechanical pulping. In order to promote the use of Jack pine in mechanical pulping, a series of techniques have been explored including: TMP [8, 45], CTMP [11], APMP [65], refining with inter-stage treatments like OPCO [6] and AP-TMP [68] as well as biomechanical pulping by fungus pre-treatment [207]. The influence of various parameters on energy consumption and pulp properties during AP-TMP have been comprehensively studied using D-optimal design and neural networks modelling [70, 208].

Recently, selective refining has been applied to Jack pine mechanical pulping, showing that Jack pine has a good adaptability to this procedure [202]. Selective refining could be used on coarse fibre fractions instead of on the whole pulp, while short fibre fractions receive little or no treatment at all to avoid losing the advantages associated with untreated fines. According to the application of selective refining on TMP of spruce [125, 126], refining energy can be reduced. Selective refining following chemical treatment on long fibre fractions can produce Jack pine mechanical pulp using less energy and can produce pulp with greater tensile strength compared to whole pulp refining [202].

Sulfonation is one of the most important chemical reactions in chemi-mechanical pulp, which is accomplished by introducing hydrophilic sulfonic group to the lignin structure [194]. This process increases hydrophilisation and fibre wall swelling. The sulfonation of wood chips before refining promotes more selective fibre separation. The plane of fracture in the fibre could be transferred toward the lignin-rich middle lamella [209, 210], which helps to keep fibres more intact during subsequent refining. The sulfonation of whole pulp or rejects could enhance the conformability of fibres and thus would

improve the bonding surface, improving the mechanical resistance of pulp [176, 177, 179].

According to our previous work [202], selective sulfonation and selective refining on long fibre fractions of Jack pine has demonstrated certain advantages over whole pulp refining. Thus, in this study, the objectives will be to understand the effects of sulfonation conditions on refining energy consumption and pulp properties, and to optimize the conditions to improve selective refining of Jack pine pulp.

Experimental

Material

Jack Pine (*Pinus banksiana* Lamb.) used in this research was obtained from the northern Mauricie region in the province of Quebec. Jack pine logs were chipped in the local saw mill, screened with Rader disc screens (Rader Company Inc.) to remove the over-thick chips and fines, then washed and drained.

Methodology

A schematic representation of the experimental work is illustrated in Figure 4.1. It consists of refining, fractionation, and sulfonation of the long fibre fraction.

Refining

Refining consists of two stages: a primary and a secondary refining stage conducted with the Metso CD300 pilot refiner at the CIPP in Trois-Rivières, Quebec. For primary refining, Jack pine chips steamed at atmospheric pressure were fed by a plug-screw into the preheater at 262 kPa for 5 minutes before being refined at about 138°C at a production rate of approximately 0.59 kg/min and 26% discharge consistency. The specific energy consumption for primary refining was 3.45 MJ/kg. Under atmospheric conditions and with the measured discharge pulp consistency from about 9% to 15%, second stage refining was performed by a single pass to produce pulp samples with different freeness by adjusting the refiner plate gap each time. All pulp samples were kept in a cold chamber.

Fractionation

Primary pulp (about 700 mL CSF) was fractionated with a Black Clawson model 8P pressure screen equipped with a two-foil open rotor rotating at a tangential speed of 20 m/s to obtain two fractions: a short and a long fibre fraction. The fractionation process consisted of a two-stage cascade with a 0.25 mm smooth-hole basket. This method was proven to be an efficient way to separate primary pulp into two fractions after testing several fractionation strategies by Ferluc et al [15]. The feed consistency was 1% for both stages, and the volumetric reject rate was 25%. Bauer McNett fibre distribution of the long fibre fraction and short fibre fraction showed that this screening process can separate primary pulp of Jack pine very well [202].

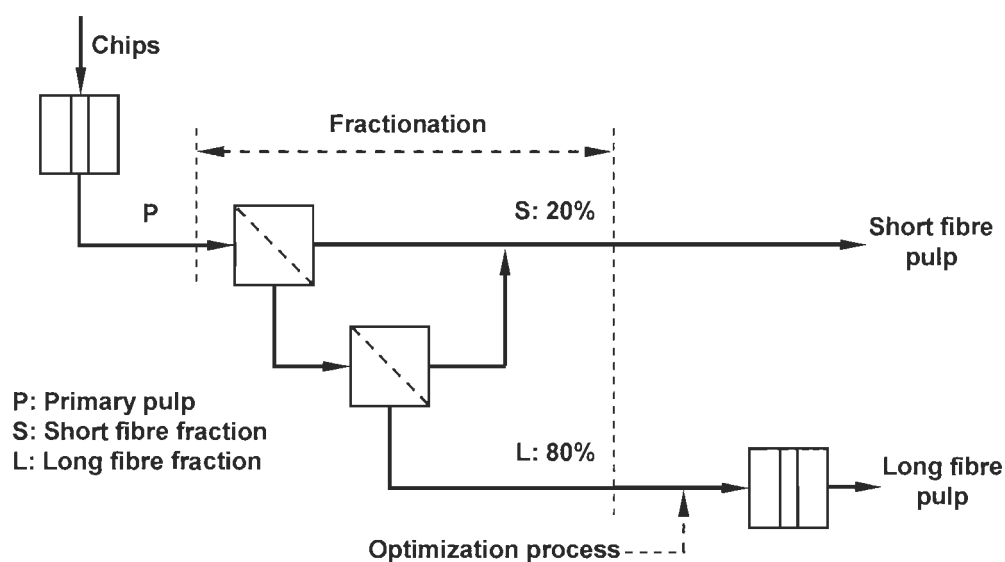


Figure 4.1 General process of fractionation and selective refining

Experimental design and statistical analysis of long fibre sulfonation

Sulfonation of the long fibre fractions was carried out in the inter-stage reactor of the CIPP using sodium sulfite at a temperature of 130°C. The experimental factors for sulfonation and their corresponding levels, as well as the final responses are listed in Table 4.1. A custom design of JMP (version 8.0, SAS institute) was used to prepare the experimental plan. The statistical analysis was also performed with the JMP software. The data were initially evaluated by stepwise regression to eliminate the least significant

variables, and then the significant variables were refitted to produce a satisfactory model by the standard least square fit model.

Table 4.1 Experimental factors and response variables

Factors	Level
pH (X)	7-11
Time (Y), min	2-31
Dosage of Sodium sulphite (Z), %	2-6
Response	Goal
Specific energy, MJ/kg	Minimize
Tensile index, N*m/g	Maximize
Tear index, mN*m ² /g	Maximize
Light scattering coeff., m ² /kg	Maximize

Physical and Optical Properties

Latency was removed from all pulp samples using the Domtar disintegrator. Standard handsheets of 60g/m² were prepared using a British sheet-mould former and then were kept in the constant temperature-humidity room. The freeness, physical and optical properties were evaluated according to PAPTAC standard testing methods. The data of each property at 100 mL CSF were obtained by interpolation.

Results and discussion

Statistical analysis of models for selective refining

Table 4.2 summarizes the characteristics and statistics associated with the models for specific energy, tensile index, tear index and light scattering coefficient.

The coefficient of determination, R^2 , is considered in the context of statistical models as an indicator to assess how well the model fits the data. Table 4.2 shows that the fitted models accounted over 83%, 89%, 97% and 95% of the variation in specific energy,

tensile index, tear index and light scattering coefficient, respectively, indicating that most of the experimental variance can be explained by the models.

The influence of the model factors could be reflected by the corresponding p-Values. The smaller the p-Value, the more significant is the influence of each factor. The p-Values listed in Table 4.2 show that all of the main factors are statistically significant, except pH in the model of specific energy. For the specific energy, tear index and light scattering models, the two-factor interaction term, pH*Time is significant. For the tear index model, there is another significant interaction between two factors, Time*Dosage. For tensile index and tear index, a pure quadratic dosage term is also evident.

The lack-of-fit test is used to determinate whether anything was left out of the model [211]. It was observed in Table 4.2 that the lack-of-fit tests are significant (more than 0.05). A null hypothesis can be rejected and the model is adequate. Therefore, optimization can continue.

The statistical tool uses factor coded between -1 and 1. According to Table 4.2, the parameters of the models can be recalculated for uncoded factor values to obtain the following final equations:

$$\begin{aligned} \text{Specific energy} = & 10.73 + 0.232X \\ & - 0.106Y - 0.11Z \\ & - 0.0132XY \end{aligned} \quad \text{Equation 4.1}$$

$$\begin{aligned} \text{Tensile index} = & 43.056 + 0.485X \\ & - 0.225Y + 0.975Z \\ & + 0.00847Y^2 \end{aligned} \quad \text{Equation 4.2}$$

$$\begin{aligned} \text{Tear index} = & 7.12 + 0.503X + 0.0747Y \\ & + 0.042Z - 0.0002XY \\ & - 0.006YZ - 0.0007Y^2 \end{aligned} \quad \text{Equation 4.3}$$

$$\begin{aligned} \text{Light scattering coeff.} = & 49.97 - 0.164X \\ & + 0.052Y - 0.475Z \\ & - 0.008XY \end{aligned} \quad \text{Equation 4.4}$$

Where, X is pH, Y is the sulfonation time and Z is the dosage of sodium sulfite (uncoded values).

Table 4.2 Statistical models for main response variables

Terms	Specific energy		Tensile index		Tear index		Light scattering coeff.	
	Est.	p -Value	Est.	p -Value	Est.	p -Value	Est.	p -Value
Intercept	12.60	<0.0001	46.95	<0.0001	8.37	<0.0001	46.26	<0.0001
pH	0.016	0.7928	0.97	0.0147	0.094	0.0067	-0.60	0.0003
Time	-0.18	0.0695	0.88	0.0550	0.114	0.0105	-0.28	0.0533
Dosage of sodium sulfite	-0.22	0.0280	1.95	0.0019	-0.12	0.0071	-0.95	0.0001
pH*Time	-0.37	0.0040	-	-	-0.064	0.0638	-0.23	0.0973
pH*Dosage	-	-	-	-	-	-	-	-
Time*Dosage	-	-	-	-	-0.174	0.0040	-	-
Time*Time	-	-	1.66	0.0272	-0.144	0.0174	-	-
Dosage*Dosage	-	-	-	-	-	-	-	-
Statistics								
Determination coefficient, R^2	0.8309		0.8908		0.9751		0.9593	
Lack of fit, ($Prob>F$)	0.8298		0.0538		0.8910		0.6722	
Pure error, σ	0.2687		0.07071		0.09192		0.2647	

Influence of sulfonation conditions

The surface response can be determined using the model for each property to interpret the impact of the different operating parameters on specific energy, tensile index, tear index and light scattering. Considering a significant interaction between pH and time, we initially studied the influence of pH and time on energy consumption and pulp properties in Figure 4.2 to Figure 4.5 by keeping the dosage of sodium sulfite at the middle value.

The pH of sulfonation shows a negative effect on the specific energy, meaning that a high pH value increases the refining energy of selective refining. However, the interaction between sulfonation time and pH is significant, and its effect is positive which signifies less energy was need when time or pH was set to a low value. Sulfonation time counteracted the negative effect of pH. Figure 4.2 shows that extending sulfonation time can reduce the specific energy at relatively high pH values while low pH values require a shorter time to maintain low energy consumption.

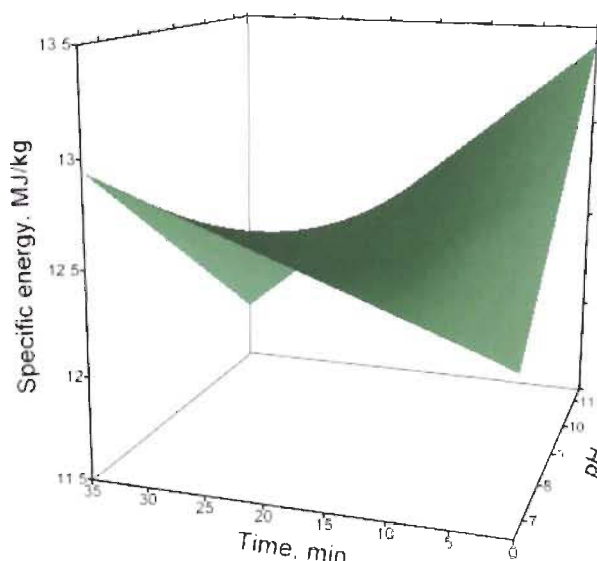


Figure 4.2 Specific energy as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)

Figure 4.3 presents the influence of pH and time on tensile index. It is evident that tensile index increases with an increased pH value, which can be attributed to the formation of new anionic groups [168]. Sulfonation time has a negative effect on a linear form but shows a positive effect on a quadratic term, as shown in Table 4.2. As sulfonation time increases, the tensile strength initially decreases, and when the sulfonation exceeds a certain time, the tensile index increases. Here we suspect that the reaction needs a minimal time to take place, so the real behaviour should plateau at first followed by an increase of the tensile index. Because the quadratic model is unable to simulate this plateau, we get a small initial increase of the quadratic term. It seems to be a result of the method rather than of the real behaviour. Therefore, a high pH value and long sulfonation time can both result in greater tensile strength.

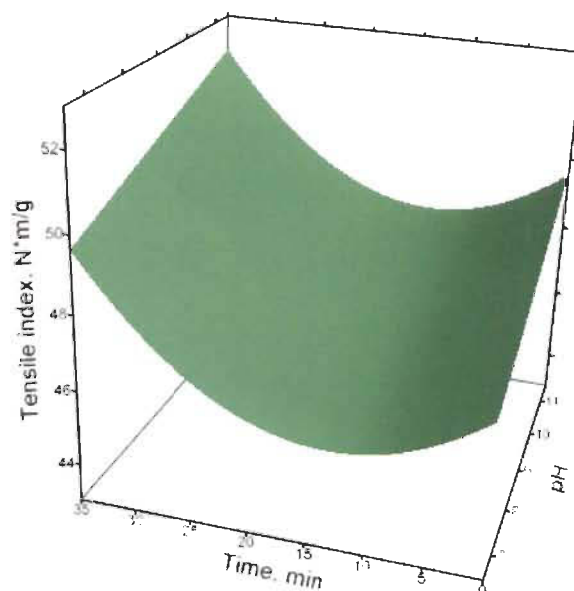


Figure 4.3 Tensile index as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)

Figure 4.4 shows the impact of operating variables on tear index. The tear index is positively related to the linear effect of the pH and sulfonation time according to the results in Table 4.2. However, the interaction effect between time and pH and the quadratic effect of sulfonation are both significant for a negative effect. This means that maximum tear strength exists in Figure 4.4.

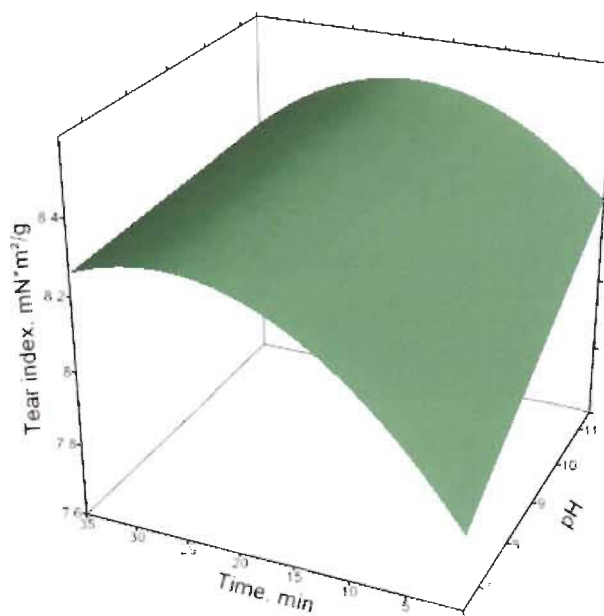


Figure 4.4 Tear index as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)

Figure 4.5 illustrates the surface response of the light scattering coefficient as a function of pH value and sulfonation time at a dosage of 4%. Being one of the essential advantages of mechanical pulp, light scattering coefficient plays an important role in printing paper. Figure 4.5 demonstrates that all the parameters of sulfonation impact light scattering negatively; therefore, relatively mild treatment conditions could be suggested to avoid this negative impact.

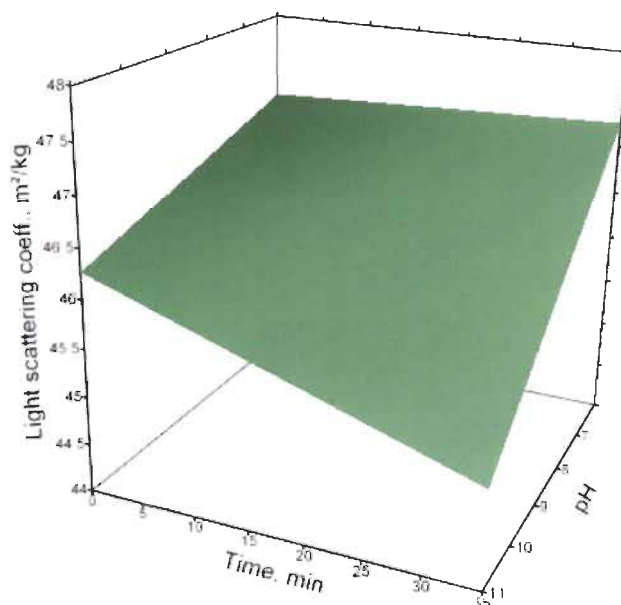


Figure 4.5 Light scattering coefficient as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)

Optimization of sulfonation conditions

The discussion above showed that pH and time affected the process responses in different ways. The optimization is relatively complex; however, with JMP software, the different response contour profiles could be superimposed onto one graph to explore the optimum conditions as shown in Figure 4.6. Each response has its specific region where the optimum can be found. Thus, taking into account the interest for these four responses variables, we can find an optimum condition where some properties have to be sacrificed according to the demand of the final pulp. After compromising the four responses, three interesting points were suggested, namely, C1, C2 and C3. At the point C1 (minimal energy consumption), selective refining could produce a pulp with a good tensile strength and acceptable tear strength, with poor light scattering coefficient. At the

point C2, the pulp has a good tear strength, medium tensile strength and medium light scattering coefficient, consuming slightly more energy. For the C3, the pulp possesses a good light scattering coefficient and a medium tensile strength, whereas it consumes more energy and has lower tear strength.

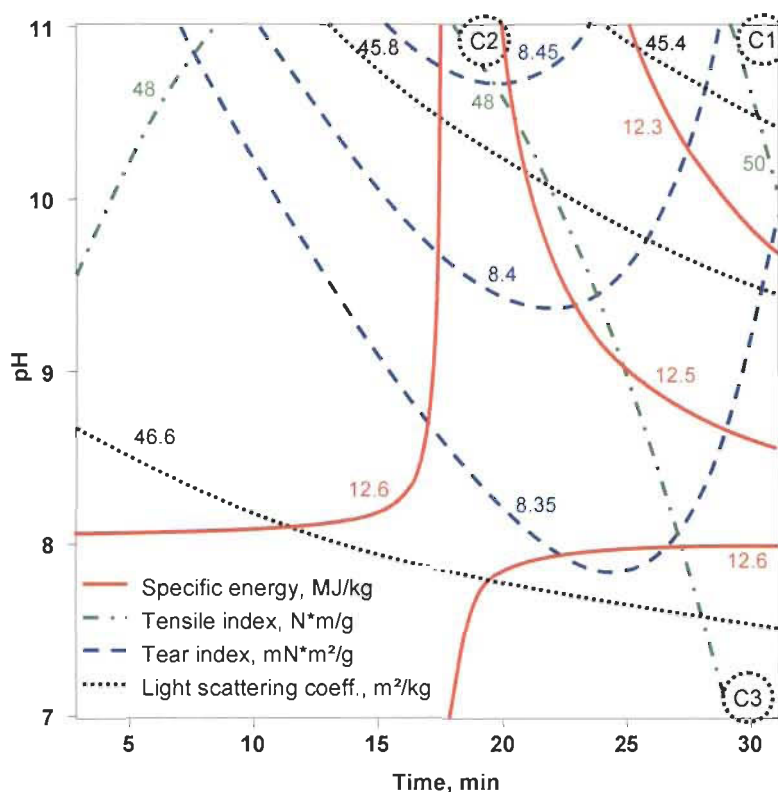


Figure 4.6 Contour profile plot for some optimum conditions as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at the middle value (4%)

Figure 4.7 presents the results as a function of dosage of sodium sulfite for the four selected properties under the selected conditions (C1, C2 and C3). The increase of sodium sulfite dosage reduces the refining energy and improves the tensile index but some drawbacks occur for tear index and light scattering coefficient. Thus, we should adopt a flexible strategy to perform sulfonation with selective refining. Therefore, a sulfonation condition with a pH of 11, 30 mins for time and a 4% sulphite charge, could be recommended as a good compromise.

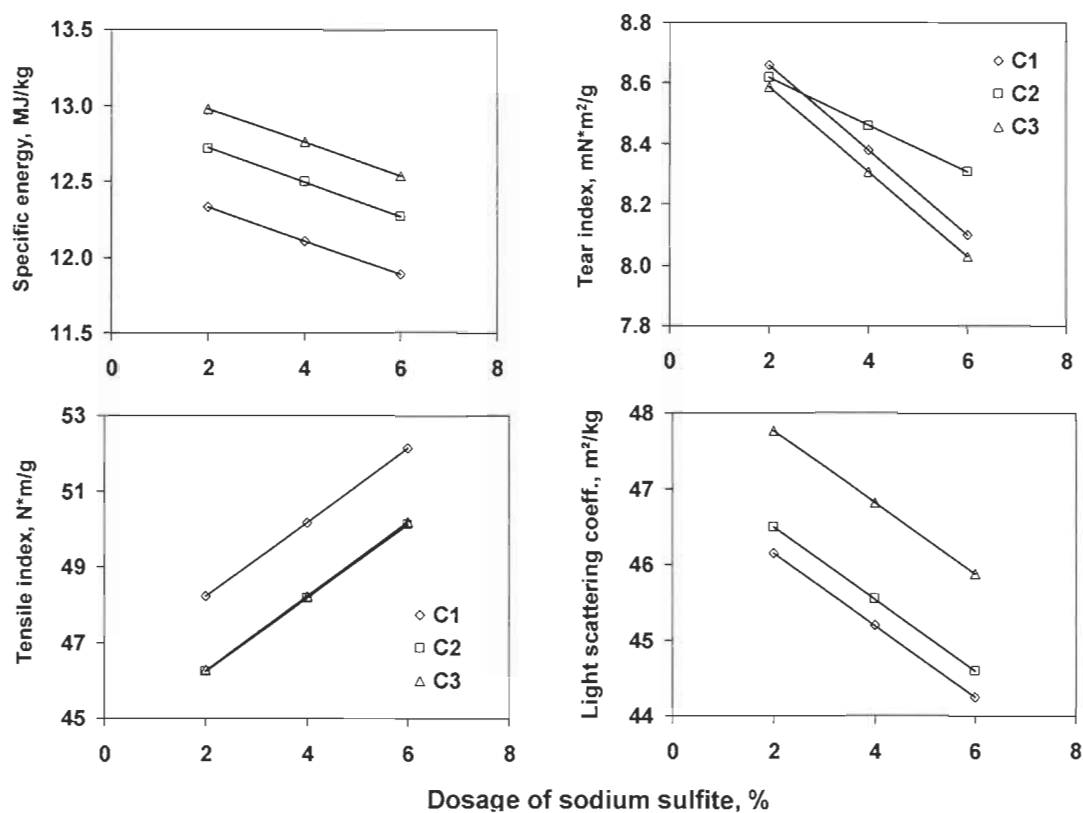


Figure 4.7 Four responses as a function of dosage of sodium sulfite under different conditions. (C1: pH=11, Time=30 mins; C2: pH=11, Time=20 mins; C3: pH=7, Time=30 mins)

Table 4.3 shows the predicted results from the fitted model and from the new experiment under the recommended conditions. The model correlates with the experimental data, except for the tear index, which has better experimental values.

Table 4.3 Predicted results and experimental results

Response	Predicted results	Experimental results
Specific energy, MJ/kg	12.11	12.28
Tensile index, N*m/g	50.17	50.7
Tear index, mN*m ² /g	8.38	9.20
Light scattering coeff., m ² /kg	45.2	45.4

(Note: pH=11, Time=30 mins and Dosage=4%)

Conclusions

Based on a custom design of JMP, the significant statistical models for selective refining of sulfonated long fibre fractions from Jack pine were established to reflect the influence on selective refining energy and pulp properties under sulfonation conditions. According to these models, in linear form of sulfonation factors, high pH increases physical properties leading to greater refining energy consumption and lower light scattering coefficient. A high dosage of sodium sulfite improves tensile strength and reduces refining energy, sacrificing tear strength and light scattering coefficient. Increasing the reaction time decrease refining energy and improves tear strength, lowering tensile strength and light scattering coefficient. On the other hand, interaction of the pH and time results in a positive impact on refining energy and negative influence on tear strength and light the scattering coefficient of the pulp.

The contour profile of fitted models can be used to select satisfactory processing conditions under which the predicted results show a general agreement with the experimental values.

Acknowledgements

Both the financial support from the NSERC and the technical assistance of Alain Marchand to this research is greatly appreciated.

Optimization of Selective Refining of Sulfonated Long Fibres from Jack Pine: Fibre Characteristics

Youfeng Lin, Robert Lanouette*

Centre de Recherche en Pâtes et Papiers

Université du Québec à Trois-Rivières, C.P. 500, Trois-Rivières, QC, G9A5H7

E-mail: Robert.Lanouette@uqtr.ca

Abstract

In this paper, modeling was performed to study the effect of sulfonation conditions on fibre properties of the long-fibre fractions of Jack pine thermomechanical pulp during selective refining. Then, three different chemimechanical pulping procedures were compared: sulfonation of long fibres after fractionation, interstage whole-pulp sulfonation and chip sulfonation during primary stage refining (CTMP process). The results showed that various sulfonation conditions had different impacts on the fibre properties of the long-fibre fraction. Sulfonation associated with selective refining required less energy and developed fibres more efficiently than the sulfonation of chips or whole pulp.

Keywords: Jack pine, selective refining, whole pulp refining, sulfonation, fractionation, chemithermo-mechanical pulp.

Introduction

Representing about 20.4% of conifer wood species, Jack pine is an abundant commercial tree species in Canada [1]. However, compared to black spruce, the use of Jack pine in mechanical pulp mills has been limited because of drawbacks such as pitch deposits, high-energy consumption and poor strength properties which are closely related to the specific fibre characteristics. Jack pine has high extractives content, high fibre wall thickness of summer wood and a high summer/spring wood ratio.

Selective refining, based on fractionation, is able to separate primary pulp into uniform fractions well. This process has attracted attention in recent years because of its ability to save energy while maintaining some advantages associated with untreated fines in comparison with whole pulp refining [125, 126, 212]. From our recent pilot study on the mechanical pulping of Jack pine [202], compared to conventional thermomechanical pulping, selective refining on long-fibre fractions with chemical treatments, especially sulfonation, facilitates the development of Jack pine fibres, providing a better tensile strength while lowering refining energy consumption. The first part of the current experiments has been conducted to evaluate the influence of sulfonation conditions on selective refining of Jack pine and to obtain optimum sulfonation conditions [213].

In this experiment, the objective was first to evaluate the influence of sulfonation conditions on fibre characteristics developed during selective refining of sulfonated long fibres, and secondly to compare the development of fibres from three chemimechanical pulping processes: sulfonation of long fibres after fractionation, interstage whole-pulp sulfonation and chip sulfonation during primary stage refining (CTMP process).

Experimental

Material

Jack pine (*Pinus banksiana* Lamb.) used in this research was obtained from the northern Mauricie region in the province of Quebec. Jack pine chips were screened with Rader disc screens (Rader Company Inc.), to remove the over-thick chips and fines, then washed and drained.

Methodology

A schematic representation of experimental work is shown in Figure 4.8. Four types of chemimechanical pulp were produced, including selective refining with long-fibre sulfonation (CTMP_{LF}), pulp recombined with short fibre fraction (M-CTMP_{LF}), interstage whole-pulp sulfonation (CTMP_{WP}) and CTMP based on chemically treated chips (CTMP_{CHIPS}). The procedure consisted of first stage refining, fractionation and sulfonation, as illustrated in Figure 4.8.

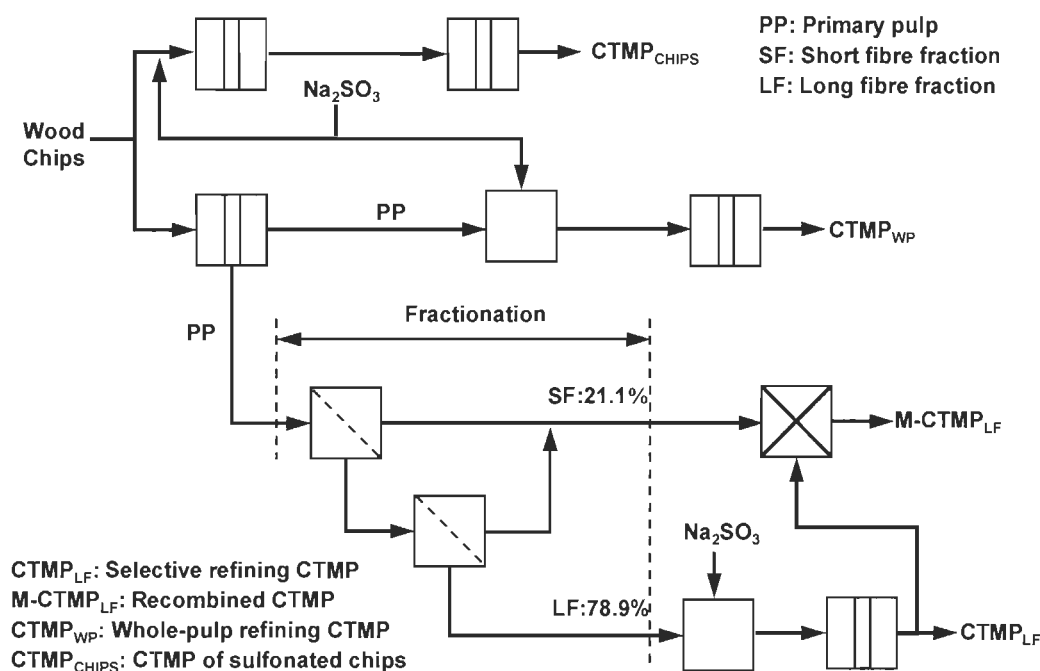


Figure 4.8 General procedure used to produce different pulps and their corresponding symbols in this experiment

Refining

Refining consisted of two stages: a primary and a secondary refining stage conducted with the Metso CD300 pilot refiner at the CIPP in Trois-Rivières, Quebec. For primary refining, Jack pine chips steamed at atmospheric pressure were fed by a plug-screw into the preheater at 262 kPa for 5 minutes before being refined at about 138°C at a production rate of approximately 0.59 kg/min and 26% discharge consistency. The specific energy consumption for primary refining is 4.41 MJ/kg. Under atmospheric conditions and with the measured discharge pulp consistency from about 9% to 15%, second stage refining was performed in a single pass to produce pulp samples with different freeness by adjusting the refiner plate gap each time. All pulp samples were kept in a cold chamber.

Fractionation

Primary pulp (about 700 mL CSF) was fractionated with a Black Clawson model 8P pressure screen equipped with a two-foil open rotor rotating at a tangential speed of 20 m/s to obtain two fractions: a short- and a long-fibre fraction. The fractionation process

consisted of a two-stage cascade with a 0.25 mm smooth hole basket. Ferluc *et al* [15] have proven, after testing several fractionation strategies, that this method is an efficient way to separate primary pulp into two fractions. The feed consistency was 1% for the two stages, and the volumetric reject rate was 25%. Bauer McNett fibre distribution of the long-fibre fraction and short-fibre fraction showed that this screening process can separate primary Jack pine pulp very well [202].

Sulfonation

For wood chips, sulfonation was performed in the preheater before primary refining by adding 4% of sodium sulfite at the outlet of plug screw. For long fibre fractions and whole fibres, sulfonation was carried out in the inter-stage reactor of the CIPP using 4% sodium sulfite at 130°C for 30 mins. To study the impact of sulfonation condition on selective refining of long-fibre fractions, a custom design of JMP (version 8.0, SAS Institute) was used to prepare the experimental plan (Table 4.4), using coarseness and acidic group content as the responses. The data were initially evaluated by stepwise regression to eliminate the least significant variables, and then the significant variables were refitted to produce a satisfactory model by the standard least-square fit model.

Table 4.4 Experimental factors and level

Factors	Level
pH (X)	7-11
Time (Y), min	2-31
Dosage of sodium sulphite (Z), %	2-6

Fibre and handsheet properties

The fibre length distribution of pulp was characterised with a Bauer McNett apparatus. Fibre coarseness was measured using a Fibre Quality Analyzer (OpTest Equipment, Canada) and the coarseness of fibres at 100 mL CSF was obtained by interpolation. The fibre wall thickness was determined by MWT (MorFi Wall Thickness, Techpap, France). The samples for coarseness and wall thickness were prepared from R28 Bauer-

McNett fractions. Sulfonic groups and carboxylic groups were measured by conductometric titration [196].

The sedimented volume of fines was determined by the method described by Marton and Robie [214], which mainly consists of the collection and sedimentation of fines.

Latency was removed from all pulp samples using the Domtar disintegrator. Standard handsheets of 60 g/m² were prepared using a British sheet-mould former and then were kept in the constant temperature-humidity room. The freeness, physical and optical properties were evaluated in accordance with PAPTAC standard testing methods. The data of each property at 100 mL CSF were obtained by interpolation.

Results and discussion

Influence of sulfonation conditions

Figure 4.9, Figure 4.10 and Figure 4.11 show the response surface from models used to interpret the content of acidic groups and coarseness, shown in the following three equations. The coefficient of determination (R^2) of the three models are high, indicating most of the experimental variance can be explained by the models.

$$\begin{aligned} \text{Carboxylicacid} = & 94.93 + 2.40(X - 9) + 0.0714(Y - 17) \\ & + 3.24(Z - 4) - 0.079(Y - 17) \times (Z - 4) \\ & + 0.01(Y - 17)^2 \end{aligned} \quad \text{Equation 4.5}$$

$$\begin{aligned} \text{Sulfonicacid} = & 41 + 4.941(X - 9) + 0.132(Y - 17) \\ & + 12.44(Z - 4) - 0.353(X - 9) \times (Z - 4) \\ & - 0.0625(Y - 17) \times (Z - 4) + 0.021(Y - 17)^2 \\ & + 0.616(Z - 4)^2 \end{aligned} \quad \text{Equation 4.6}$$

$$\begin{aligned} \text{Coarseness} = & 0.233 - 0.00138(X - 9) - 0.000224(Y - 17) \\ & - 0.00184(Z - 4) - 0.000138(X - 9) \times (Y - 17) \\ & + 0.00138(Z - 4)^2 \end{aligned} \quad \text{Equation 4.7}$$

Where, X is pH, Y is the sulfonation time and Z is the dosage of sodium sulfite (uncoded values).

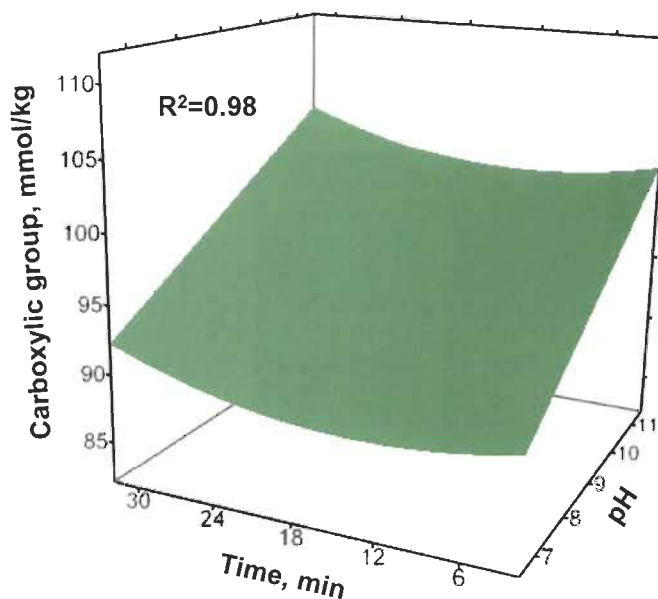


Figure 4.9 Response surface of carboxylic group content as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at middle value (4%)

The sulfite treatment results in the formation of acidic groups including sulfonic and carboxylic groups, during the pulp production. The acidic groups on fibres play an important role by influencing fibre swelling and fibre bonding [198, 199]. As shown in Figure 4.9, high pH could produce a pulp with more carboxylic groups due to the fact that uronic materials in the pectin and the hemicellulose are more easily hydrolysed into new carboxylic groups under alkaline condition [165, 166]. Under alkaline condition, more sulfonic groups can be generated (Figure 4.10), agreeing with the result that more sulfonic groups could be obtained in the presence of sodium hydroxide during the sulfonation of wood chips [215]. The higher amount of acidic groups in long fibres treated under high pH conditions partly contributes to the high tensile strength of paper [213]. Extending sulfonation time does not significantly increase the acidic groups, whereas, at maximum sulfonation time, the acidic groups increase slightly, which could be one of the reasons causing the increase of tensile strength [213].

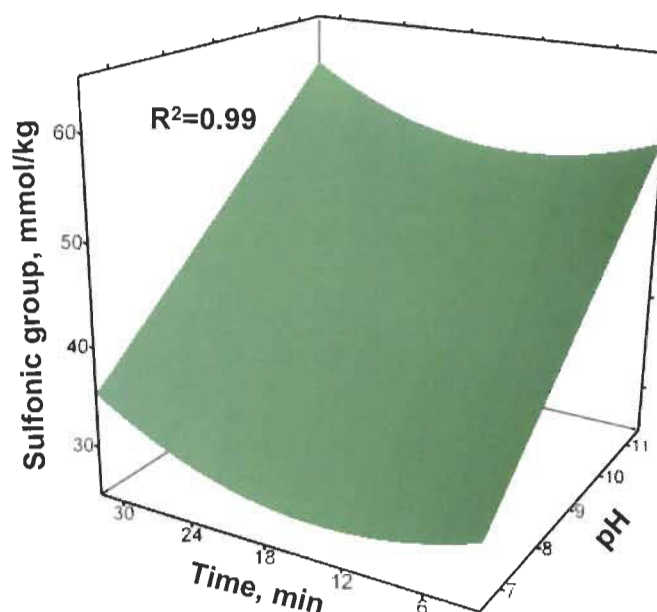


Figure 4.10 Response surface of sulfonic group content as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at middle value (4%)

As observed in Figure 4.11, under high pH conditions and long sulfonation time, selective refining can produce fibres with lower coarseness.

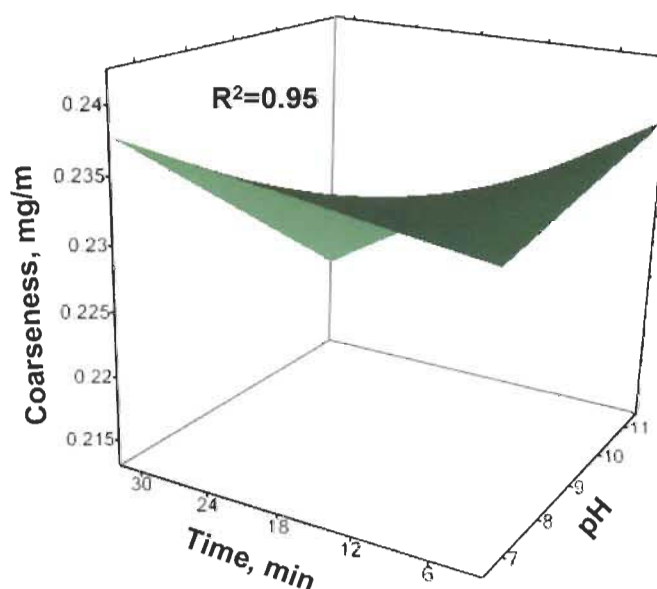


Figure 4.11 Response surface of coarseness as a function of time and pH, keeping dosage of sodium sulfite at middle value (4%)

Increasing the dosage of sodium sulfite can also reduce the coarseness (not shown here). This phenomenon may occur because peeling off part of the fibre wall is easier when

there are more acidic groups. The reduction in coarseness can increase fibre flexibility, improving the bonding surface of fibres and thus having a positive impact on tensile strength. Meanwhile, the reduced strength of single fibres related to the reduced coarseness might explain the decrease on tear strength of the pulp where there is a better sulfonation [213].

Specific energy consumption

One of the existing drawbacks in Jack pine mechanical pulping is its high refining energy consumption. The selective refining of long-fibre fractions of Jack pine instead of whole-fibre treatment could effectively reduce refining energy during the production of TMP [202].

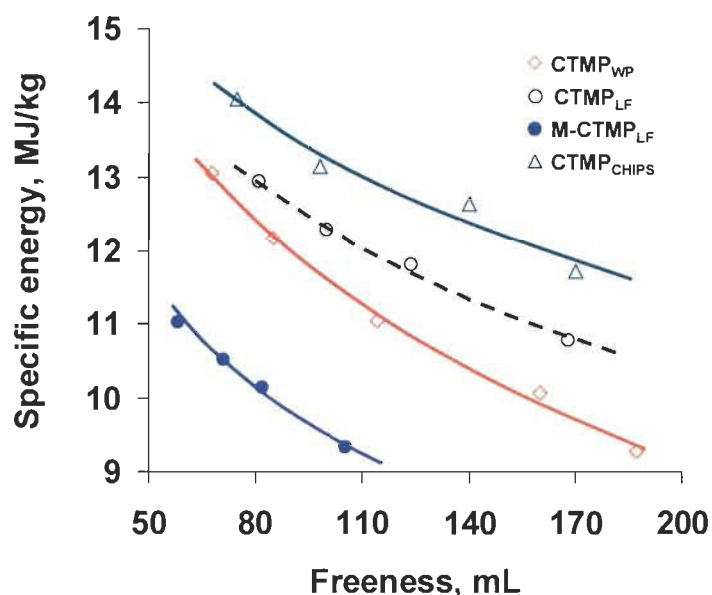


Figure 4.12 Specific energy as a function of freeness for different chemimechanical pulping processes

In Figure 4.12, the energy consumption for different chemimechanical pulping procedures are compared. Interstage whole-pulp sulfonation (CTMP_{WP}) consumes less energy than refining sulfonated chips, which supports the conclusion that interstage sulfonation is better than wood chip sulfonation to save refining energy [6]. However, in comparison with these two, the sulfonated long fibres recombined with short-fibre fractions requires less energy to reach given freeness, showing that the fibres could

absorb energy more efficiently during selective refining. The absence of fines may also contribute to a more efficient way to use chemicals.

Fibre properties

It is well known that CTMP (refining of sulfonated chips) is characterised by its high proportion of long-fibre fractions compared to TMP. Fibre rupture occurs in the middle lamella/primary wall, keeping fibres more intact [216].

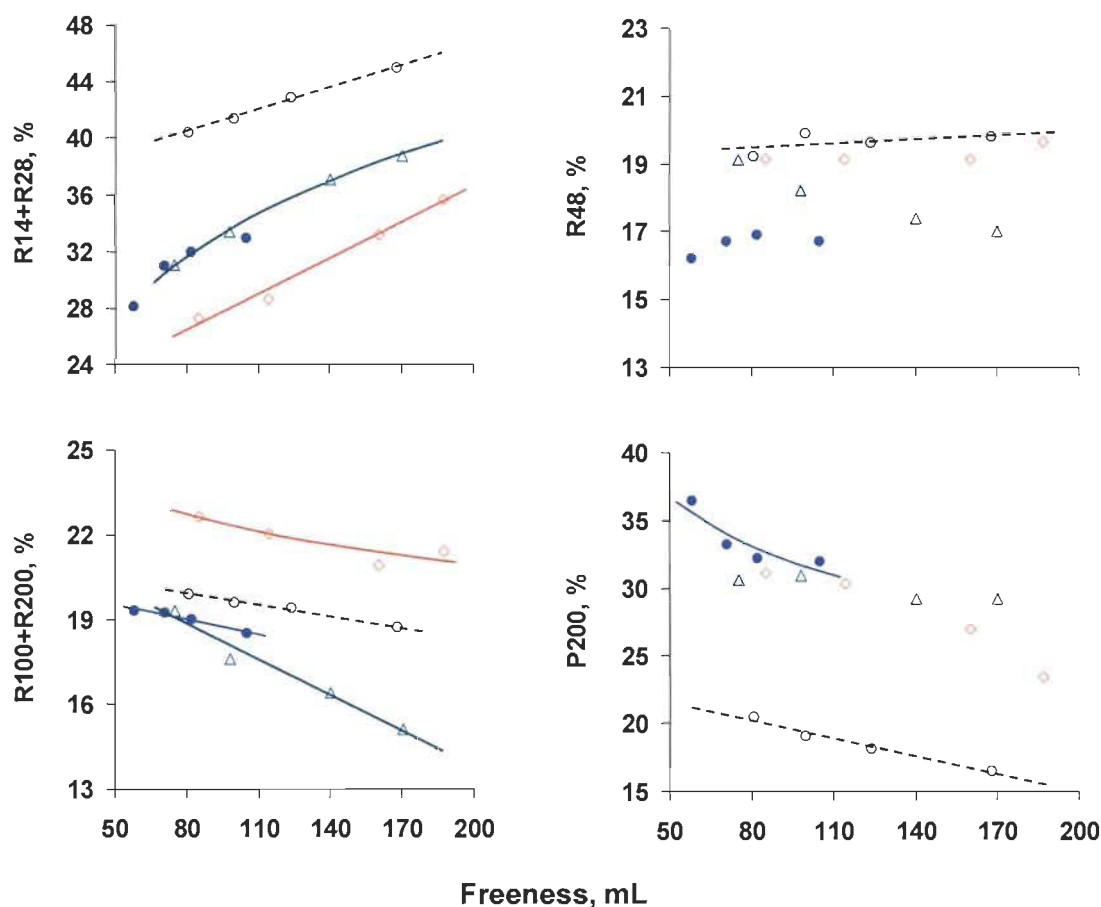


Figure 4.13 Fibre distribution as a function of freeness for different chemimechanical pulping processes

As illustrated in Figure 4.13, recombined pulp ($M\text{-CTMP}_{\text{LF}}$) from selective refining on sulfonated long fibres has a high content of R14+R28, similar to the $\text{CTMP}_{\text{CHIPS}}$. The recombined pulp also has slightly more fines, but less R48 and R100+R200 fractions, indicating that coarse fibres might be developed instead of being broken down or being

shortening into small fragments as with interstage whole-pulp sulfonation, which has higher R48, R100+R200, but less R14+R28 and fines.

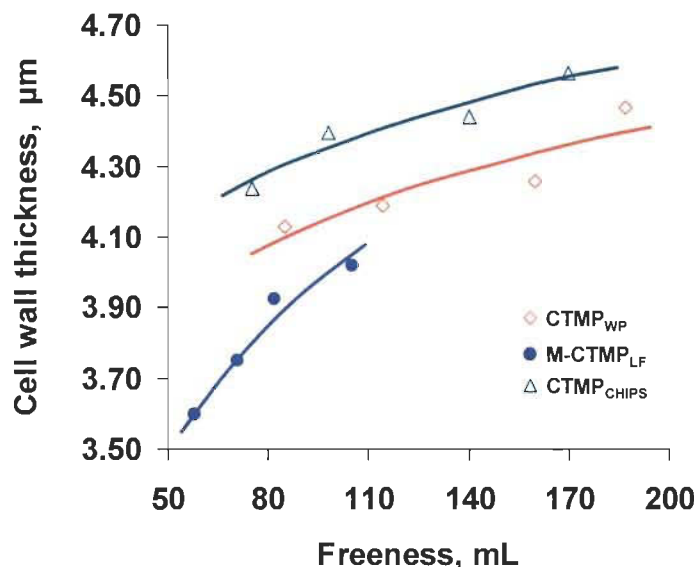


Figure 4.14 Cell wall thickness as a function of freeness for different chemimechanical pulping processes

Figure 4.14 presents the behaviour of individual fibres responding to the force inside the refiner for the three processes. Cell wall thickness of fibres from selective refining is lower than that of fibres from interstage whole-pulp sulfonation, indicating more peeling-off and delamination of fibres during the selective refining. However, due to the presence of short-fibre fractions during whole-pulp refining, coarse fibres would receive less uniform force from the refiner, which hinders fibre development.

In mechanical pulp, two different types of fines exist (fibrillar and flake-like) which are generated from different sites and at different refining stages. Flake-like fines originate from the middle lamella and primary cell wall during the first refining stage, while fibrillar fines are mainly from the S1 and/or S2 layer of the cell wall during the fibre development stage, which mainly occurs during the secondary refining stage [14]. Fibrillar material contributes largely to densifying and consolidating the sheet, while flake-like particles improve light scattering properties [217]. Generally, flake-like fines have less specific surface area and are easier to sediment, thus, they have a lower value of sedimented volume than fibrillar fines.

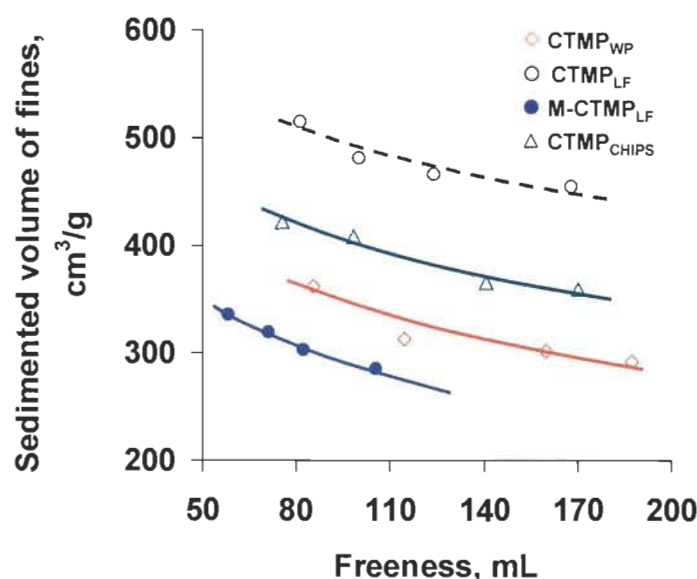


Figure 4.15 Sedimented volume of fines as a function of freeness for different chemimechanical pulping processes

As shown in Figure 4.15, the fines from selective refining (CTMP_{LF}) have the highest sedimented volume because of the high proportion of fibrillar particles. After the addition of the short fraction to make recombined pulp (M-CTMP_{LF}), the sedimented volume of fines decreases due to the introduction of flake-like particles from the short-fibre fraction. The sedimented volume of fines from recombined pulp is lower than that of whole refining pulp, which is probably related to different fibre development during the second-stage refining. That is, more middle lamella materials that remain on the fibre surface after the first refining stage are broken down into fines by more intense impacts on fibres during selective refining. These materials enter into the fraction of R100 or R200 during interstage whole-pulp sulfonation.

Physical and optical properties of handsheets

Physical and optical properties of handsheets from recombined chemimechanical pulp and whole refining chemimechanical pulp are compared in Table 4.5. Table 4.5 shows that, at a given freeness, the recombined pulp has higher mechanical resistance, opacity and light scattering coefficient and keeping almost the same optical properties when compared to interstage whole-pulp sulfonated fibres. The CTMP process of sulfonating chips shows certain advantages over the other two kinds of chemimechanical pulp in

terms of mechanical resistance and brightness; however, it needs much more energy to reach the same freeness and also sacrifices opacity and light scattering ability.

Table 4.5 Physical and optical properties of handsheets for different chemimechanical pulping processes

Properties	M-CTMP _{LF}	CTMP _{WP}	CTMP _{CHIPS}
Freeness, mL	100	100	100
Specific energy, MJ/kg	9.43	11.6	13.3
Apparent density, g/cm ³	0.358	0.352	0.356
Tensile index, N·m/g	43.9	41.5	46.1
Tear index, mN·m ² /g	8.2	7.8	8.85
Brightness, % ISO	45.2	45.3	50.4
Light Scattering Coeff., m ² /kg	52.1	52	50.8
Opacity, %	97.6	97.3	96.0

Conclusions

Based on the resulting models for selective refining of sulfonated long fibres from Jack pine, high pH and high dosages of sodium sulfite are favourable for producing pulps with more acidic groups. The treatment under high pH with a long treatment time can decrease coarseness.

For Jack pine chemimechanical pulp, selective refining can reduce refining energy consumption compared to whole-pulp refining. Selective refining can facilitate the delamination and peeling-off of fibres, which generates pulp with better mechanical resistance than pulp from interstage whole-pulp sulfonation. Selective refining can produce pulp with a relatively higher fraction of R14/R28 and slightly more fines with lower specific volume.

Acknowledgements

The financial support from the NSERC and the contribution of technicians Alain Marchand and Daniel Bégin to this research is deeply appreciated.

Chapitre 5 - Caractéristiques de surface des fibres et propriétés de la pâte mécanique de pin gris lors du raffinage sélectif et raffinage entier

Dans les deux chapitres précédents, il a été démontré que, par rapport au raffinage entier, un raffinage sélectif avec traitement chimique de sulfonation, peut faciliter le développement des fibres de pin gris. De plus, le raffinage sélectif produit une pâte avec une meilleure résistance à la traction tout en consommant moins d'énergie spécifique de raffinage. Afin de minimiser la consommation d'énergie et de maximiser les propriétés de la pâte lors du raffinage sélectif des fibres longues sulfonées, une série d'expériences a été réalisée afin d'optimiser les conditions selon un modèle expérimental utilisant le temps de traitement, le pH et le dosage de sulfite de sodium comme variables indépendantes. Les modèles avec un seuil de signification intéressant ont été établis pour obtenir les conditions optimales de sulfonation des fibres longues de pin gris avant un raffinage sélectif. Avec les modèles obtenus lors de l'optimisation des conditions, nous avons évalué l'impact de différentes variables sur les caractéristiques des fibres, y compris la distribution des fibres, la charge ionique des fibres, l'épaisseur de parois des fibres et les propriétés des fines.

Dans ce chapitre, des pâtes thermo-mécanique et chimico-mécanique de pin gris ont été produites par un raffinage sélectif ou un raffinage de pâte entière pour systématiquement comparer ces deux idéologie de raffinage au niveau de l'énergie spécifique et des propriétés physiques et optiques. La surface des fibres a été caractérisée par microscopie électronique à balayage (MEB) et spectrométrie de photoélectrons des rayons X (SPX) pour mieux comprendre la différence de mécanisme entre le raffinage sélectif et le raffinage de pâte entière.

Les résultats montrent que, pour tous ces deux types de pâte, la pâte chimico-mécanique ou la pâte thermomécanique, l'énergie de raffinage requise pour atteindre le même indice d'égouttage par le raffinage sélectif est moindre que pour un raffinage de pâte entière, ce qui confirme que le raffinage sélectif est une façon efficace pour réduire

l'énergie de raffinage. Cette réduction énergétique peut être attribuée au fait que la force de raffinage est appliquée plus efficacement sur les fibres sans la protection des fibres courtes lors du raffinage sélectif.

La longueur des fibres de pâte provenant du raffinage sélectif, qui est approximativement celle de la longueur de fibre de pâte chimico-mécanique à partir de copeaux sulfonés, est supérieure à celle de pâtes provenant du raffinage de pâte entière. Ce résultat pourrait s'expliquer par l'hypothèse que la force appliquée sera distribuée plus uniformément sur les fibres longues, ce qui tend à mieux développer les fibres au lieu de les couper au cours du raffinage. En conséquence, la résistance à la déchirure de la pâte mécanique venant d'un raffinage sélectif est supérieure à celle de la pâte obtenue du raffinage de pâte entière, mais moindre comparativement à la pâte provenant de la sulfonation des copeaux. Quant à l'indice de rupture, il peut être amélioré par le raffinage sélectif par rapport au raffinage de la pâte entière, mais non pour la pâte produite à partir de copeaux sulfonés. Pour la pâte thermomécanique, cette amélioration pourrait s'expliquer par la diminution de la masse des fibres durant le raffinage sélectif. Cependant, pour la pâte chimico-mécanique, la plus haute teneur en groupements sulfoniques et la plus faible épaisseur de parois des fibres au cours du raffinage sélectif rendent les fibres plus flexibles, ce qui peut contribuer à l'amélioration de l'indice de rupture de la pâte produite par un raffinage sélectif.

Concernant les propriétés optiques, pour la pâte thermomécanique, le raffinage sélectif produit de la pâte avec une blancheur inférieure à celle obtenue par un raffinage de la pâte entière probablement due à l'effet de noircissement généré par la force plus intense appliquée sur les fibres longues lors du raffinage sélectif. Cependant, avec la sulfonation sur les fibres, la perte de blancheur diminue lors du raffinage sélectif, c.-à-d. la pâte de raffinage sélectif a une blancheur similaire à celle de la pâte entière, mais inférieure à celle provenant du raffinage des copeaux sulfonés. La pâte thermomécanique à partir du raffinage sélectif a un coefficient de diffusion de la lumière inférieur à celui de la pâte entière, mais la pâte chimico-mécanique avec un raffinage sélectif peut diffuser plus de lumière que celle obtenue par raffinage de pâte entière après sulfonation ou de copeaux sulfonés.

L'analyse de surface des fibres par SPX permet de conclure que le raffinage sélectif expose plus de cellulose ou d'hémicellulose, avec un plus haut rapport de l'oxygène sur le carbone en comparaison au raffinage de la pâte entière, ce qui aide à augmenter le caractère hydrophile de la surface des fibres. La différence du niveau de couverture de la surface par la lignine n'est pas significative; toutefois, la pâte du raffinage sélectif présente moins de couverture de surface par les matières extractibles par rapport à celle de pâte du raffinage de la pâte entière. Il est supposé qu'au cours du raffinage sélectif, moins de matières extractibles se transfèrent aux fibres longues à partir des fibres courtes. Selon les images de MEB, la rupture et la scission axiale des fibres sont plus évidentes au cours du raffinage sélectif. Cependant, la délamination plutôt que la scission s'observe au cours du développement des fibres lors du raffinage de pâte entière pour enlever la couche de lamelle mitoyenne.

The Production of Mechanical Pulp from Jack Pine: Selective Refining or Whole-Pulp Refining?

Youfeng Lin^{1, 2}; Robert Lanouette^{1*}

1. Lignocellulosic Material Research Center, Université du Québec à Trois-Rivières,
Trois-Rivières, QC

2. Tembec, Chetwynd, BC

Corresponding author: Robert Lanouette (Robert.Lanouette@uqtr.ca)

Abstract

In this study, various mechanical pulps were produced by means of selective refining and whole-pulp refining. These pulps were compared in the level of refining energy, physical and optical properties of handsheets, as well as fibre surface properties. The results show that selective refining requires less refining energy than whole-pulp refining to reach a given freeness without shortening fibre length. Selective refining can produce the pulp with higher physical strength and lower brightness than whole-pulp refining except CTMP from sulfonated chips. XPS results demonstrate that selective refining can produce a pulp with higher O/C values and less surface coverage of extractive. According to SEM images, the splitting and rupture along the axis of the fibres can be observed more frequently for pulp after selective refining.

Résumé

Dans cette étude, diverses pâtes mécaniques ont été produites par un raffinage sélectif et un raffinage de la pâte entière. Ces pâtes ont été comparées au niveau de l'énergie de spécifique de raffinage, des propriétés physiques et optiques des feuilles, ainsi que des propriétés de surface des fibres. Les résultats montrent que le raffinage sélectif consomme moins d'énergie de raffinage que le raffinage de la pâte entière pour atteindre le même indice d'égouttage sans diminuer la longueur des fibres. Le raffinage sélectif peut produire des pâtes avec la propriété physique supérieures mais une blancheur inférieure par rapport au raffinage de la pâte entière, sauf pour la pâte de PCTM à partir

de copeaux sulfonés. Les résultats de SPX montrent que la pâte de raffinage sélectif contient un plus grand rapport atomique oxygène sur carbone, mais une couverture moindre des matières extractibles. Selon les images de MEB, des fissures et une rupture le long de l'axe des fibres se trouvent plus fréquemment sur les fibres après un raffinage sélectif.

Introduction

The traditional fibre-source species such as spruce and balsam fir have been long employed as the first choice to produce mechanical pulp, owing to a good combination of the high tensile and high tear strength as well as scattering capacity and brightness of the obtained pulp under the acceptable consumption of refining energy. Consequently, the supplies of these wood species are diminishing. In order to resolve the shortfall of these traditional fibre resources, it was proposed to use other fibre-source species which are currently under-exploited. These other species are also called secondary wood species, such as Jack pine [218]. Representing about 20.4% of conifer wood in Canada, Jack pine is one of the most widespread commercial tree species in Canada from Nova Scotia to Northern Alberta and the Great Lakes region [1]; nevertheless, for a long time, Jack pine has been treated as undesirable wood for the production of mechanical pulp due to such special characteristics as relatively high extractive content, high fibre wall thickness of summer wood and a high proportion of latewood, giving rise to some well-known problems such as pitch deposits, high energy consumption and poor strength properties. In order to acquire the ideal technique suitable to mechanical pulping of Jack pine, a series of research experiments based on conventional whole-pulp refining have been carried out, including thermo-treatment on chips before refining [8, 45], chemical pretreatment of chips by sodium sulfite or alkaline peroxide prior to primary refining [7, 65], chemical treatment of pulps between refining stages using sodium sulfite or alkaline peroxide [6, 68, 208], and mixed refining with other species including spruce [11, 12].

The ideology of selective refining is to refine the long-fibre fraction instead of whole-pulp, while short-fibre fraction receives less refining energy or none at all. Theoretically, this method could enhance the bonding strength of the blended pulp without affecting the surface or optical properties while consuming less refining energy compared to

whole-pulp refining. However, in order to turn such ideology into the practice, one of the preconditions is to get uniform long-fibre fraction and short-fibre fraction before selective refining. Pressure screens, capable of fractionating fibres into two fractions: long and short fibre fractions according to fibre length and flexibility [75], provide the possibility to perform the selective refining. After evaluating a series of fractionation techniques, our research group has succeeded to finding one technique which can separate the fibres into two relatively uniform fractions highlighted by the composition of the long-fibre fraction containing mainly R14+R28+R48 and less fines in comparison to the conventionally obtained rejects which still include a great amount of fines [107]. Thus, with the help of this technique, it becomes viable to perform selective refining, which has already shown its advantage in the form of refining-energy savings [125, 126]. From our recent pilot study on mechanical pulping of Jack pine, it has been shown that [202], compared to whole-pulp refining, selective refining with chemical treatments, especially sulfonation, could facilitate the development of Jack pine fibres. Moreover, selective refining could produce a pulp with a better tensile strength while consuming less specific refining energy. In order to minimize energy consumption and maximise pulp properties during the selective refining of sulfonated long-fibre fractions, a series of experiments have been carried out to optimize the conditions based on an experimental design using time, pH and dosage of sodium sulphite as independent variables. The optimized conditions have been obtained [213]. Using the model obtained during the optimization of the conditions, we have evaluated the impact of different variables on fibre characteristics including fibre distribution, fibre ionic charge, cell wall thickness and properties of fines [219].

The objectives of this research are: firstly to comprehensively compare mechanical pulp from selective refining and whole-pulp refining in the form of refining energy consumption as well as physical and optical properties; and secondly, to investigate the surface characteristics of fibres from different mechanical pulp to further understand the refining the mechanism of selective refining.

Experimental

Material

The Jack Pine (*Pinus banksiana* Lamb.) chips used in this research were provided with kindness by one local saw mill in the northern Mauricie region of Quebec. Prior to the refining, over-thick chips and fines were removed by Rader disc screens (Rader Company Inc.). Afterwards, the screened chips were washed and drained.

Methodology

Pulp preparation

Figure 5.1 indicates the general process of the pilot trial used in this study, mainly consisting of refining, fractionation, chemical treatment and pulp mixing. Three categories of mechanical pulps were produced, i.e. whole-pulp refining pulp including TMP whole pulp, CTMP sulfonated whole pulp and CTMP sulfonated chips, selective refining pulp including the pulp without sulfonation and the pulp with sulfonation along with their corresponding recombined pulps with short fibre fractions, as illustrated in Figure 5.1.

The refining trials including primary stage refining and secondary stage refining were conducted using the Metso CD300 pilot refiner at the LMRC in Trois-Rivières. To acquire primary pulp, Jack pine chips were fed by a plug-screw feeder into the preheater at a pressure of 262 kPa for 5 minutes after a pre-steaming stage at atmospheric pressure, and then they were refined at about 138 °C at a production rate of approximately 0.59 kg/min and 26% discharge consistency. The specific energy consumption for primary refining is 4.41 MJ/kg. Second stage refining was performed under atmospheric conditions and with the measured discharge pulp consistency from about 9% to 15%. The different freeness of the second-stage pulp was achieved through by adjusting the refiner plate gap gradually during a single-pass refining.

Primary pulp was fractionated into two fractions: a short fibres fraction and a long fibres fraction, according to the method proposed by Ferluc et al [15]. In short, a Black

Clawson model 8P pressure screen equipped with a two-foil open rotor rotating at a tangential speed of 20 m/s was employed to perform the fractionation consisting of a two-stage cascade configuration with a 0.25 mm smooth-hole basket, as illustrated in Figure 5.1. The feed pulp consistency was 1% for the two stages, and the volumetric reject rate was 25%. After the evaluation of fibre distribution for the two obtained fractions [202], the long-fibres fraction contains mainly R14, R28 and R48 fibres; meanwhile, the short-fibres fraction is composed of P48(R100, R200 and particularly fines). The untreated short fibres were blended back into pulp of the selective refining process to rebuild the original pulp according to the mass ratios of the two fractions indicated in Figure 5.1.

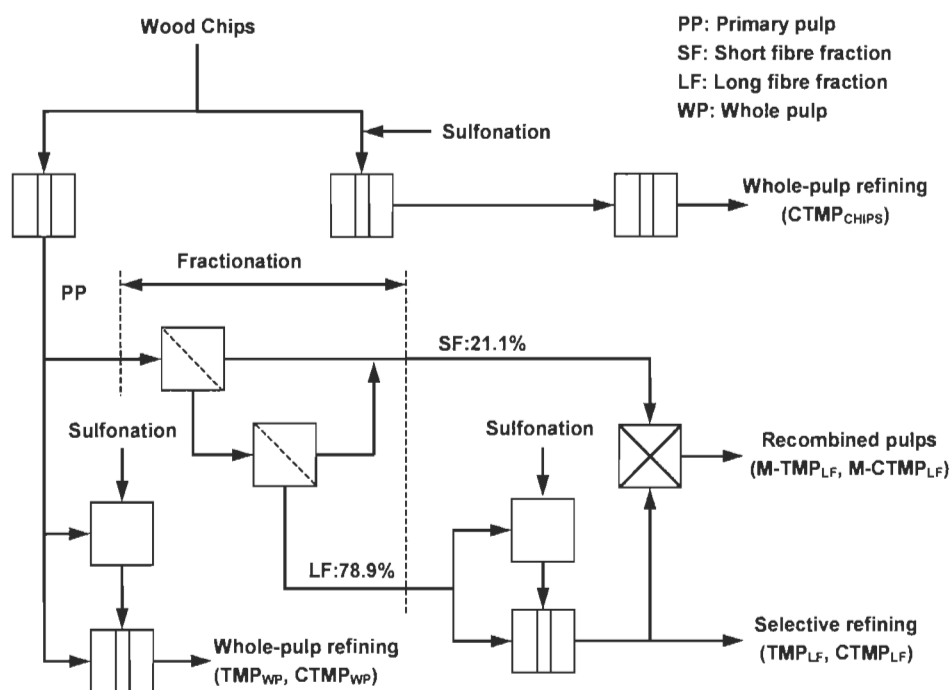


Figure 5.1 Schematic illustration of mechanical pulping by selective refining and whole-pulp refining

Sulfonation conditions and their corresponding symbolic codes used in this experiment are listed in Table 5.1. These conditions have been optimised in previous studies on sulfonation of long fibres [213]. The sulfonation of wood chips was performed in the preheater before primary refining at the outlet of plug screw. Meanwhile, for long-fibres fractions and whole fibres, the sulfonation was carried out in the inter-stage reactor of the LMRC.

Table 5.1 Sulfonation conditions and corresponding sulfonic groups of pulp, along with effluent liquid properties before and after sulfonation

Codes	Temp. (°C)	Time (min)	Na ₂ SO ₃ (%)	pH		Sulfonic groups (mmol/kg)		TOC (g/L)
				Before	After	Total	R28	
TMP _{LF}	-	-	-	-	-	1.5	0.2	0.062
TMP _{WP}	-	-	-	-	-	2.5	1.1	2.690
CTMP _{LF}	130	30	4	11	5.30	40.6	39.2	1.665
CTMP _{WP}	130	30	4	11	5.30	31.5	27.9	3.837
CTMP _{CHIPS}	138	~5	4	11	6.65	51.7	43.4	4.428

N.B.: Total refers to whole fibres; R28 refers to P14/R28 fibres. TOC values are calculated based on 20% consistency of pulp

Pulp and handsheets properties

Total organic carbon (TOC) concentration of effluent liquors filtrated from pulp after primary-stage refining or sulfonation was measured by a Dohrmann TOC DC-190 analyser (Teledyne Tekmar, USA). The sulfonic group of pulp samples was determined through the conductometric titration technique described by Katz et al [196], using the Brinkmann titrator (Metrohm, USA.) and Orion Model-150 conductivity meter (Thermo Scientific, USA).

Latency from all pulp samples was removed using the Domtar disintegrator full of hot water with a temperature about 90 °C in agreement with PAPTAC Method C.8P. The freeness of the pulps was determined according to PAPTAC method C.1. The mean fibre length of pulp was measured by Fibre Quality Analyzer (OpTest Equipment, Canada). The fibres retained on a 28 mesh screen (R28) were arranged by Bauer McNett classifier.

A British sheet-mould former was used to form standard handsheets with 60 g/m² basis weight according to PAPTAC method C.4. The prepared handsheets were kept in the conditioning room until the test in accordance with PAPTAC methods A.4. Tensile index, tear index and burst index were measured according to PAPTAC method D.34, D.9 and D.8, respectively. The Color Touch PC optical instrument (Technidyne Corp.,

USA) was employed to evaluate the optical properties of handsheets. The brightness and the opacity of handsheets were determined in accordance with PAPTAC method E.1 and E.2, respectively. The light scattering coefficient and the light absorption coefficient were determined according to Tappi T1214 method.

Surface analysis

The fibre samples for the scanning electron microscope (SEM) analysis were collected from the R28 fraction of BMN. The fibres were freeze-dried using Freezone 4.5 liter Benchtop freeze drier (Labconco Corp., USA), and they then were coated with gold for 150 s using a BALTEC MED-020 coating system equipped with a rotating base. The superficial morphology of fibres were characterised by means of a JEOL JSM T300 microscope (Jeol, Japan) operated in secondary electron mode at a beam current of 100 μ A with an accelerating voltage of 20 kV. Digital images of samples were taken at difference magnification.

The fibre samples for X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) measurement were obtained from R28 fractions of BMN. The wet fibres were dried at room temperature between two blotters to avoid contamination by dust and other impurities. One part of the dried fibres was extracted with acetone to remove any extractive. The R28 fibres are too long to form a smooth and dense sample, thus they were pressed in the manual hydraulic press (Specac Ltd, UK) to form smooth 8.5 mm-diameter pellets which were then transferred to XPS sample holder for analysis. The XPS measurements were conducted with a Kratos Axis Ultra electron spectrometer (Kratos Analytical, UK), using a monochromated Al Ka x-ray source (15 kV, 5 mA), at a take-off angle perpendicular to the relative sample surface. The measured surface area was less than 1 mm² and at least three different spots were analysed on each sample. The low-resolution survey spectra were obtained with a pass energy of 160 eV at a resolution of 1 eV/step. High-resolution spectra were taken with a 40 eV pass energy at a resolution of 0.1 eV step. CASAXPS software was used to treat the collected data. The Gaussian curve fitting programme was used for spectral deconvolution to get the high-resolution C1s spectra. After deconvolution, the chemical shifts for carbon (C1s) in lignocellulosic fibres can usually be easily classified into four categories, namely C1, C2, C3 and C4,

corresponding to unoxidized carbon (C-C or C-H), carbon with one oxygen bond (C-O), carbon with two oxygen bonds (O-C-O or C=O) and carbon with three oxygen bonds (O=C-O) respectively [220].

The surface coverage of lignin (ϕ_{lignin}) and extractives ($\phi_{\text{extractives}}$) were determined using the proportion of the alkyl carbon (designated as C1) in high-resolution spectra for unextracted and acetone-extracted samples according to Equation 5.1 and Equation 5.2 [221].

$$\phi_{\text{lignin}} = \frac{C1_{\text{extracted}} - 5}{49} \times 100\% \quad \text{Equation 5.1}$$

$$\phi_{\text{extractives}} = \frac{C1_{\text{unextracted}} - C1_{\text{extracted}}}{C1_{\text{extractives}} - C1_{\text{extracted}}} \times 100\% \quad \text{Equation 5.2}$$

Where, $C1_{\text{extractives}}$ is the theoretical value (94%) of oleic acid. 5 represents the C1 value measured for cellulose and 49 represents the amount of C1 carbon in pure mill wood lignin.

Results and discussion

Refining energy

In Figure 5.2, the refining energy demand for different refining system is plotted as a function of freeness. Obviously, no matter what kind of mechanical pulps, either CTMP or TMP, less specific refining energy is needed to reach a given freeness for selective refining pulp than whole-pulp refining pulp, meaning that selective refining is an effective refining way to reduce refining energy. This reduction can be explained because the refining force was applied more efficiently to long fibres with less short fibres during selective refining. On the other side, during whole-pulp refining, long fibres might be under the protection of short fibres which could hinder long fibres from absorbing the energy from refiner. Therefore, more energy is needed for whole-pulp refining. Moreover, as depicted in Figure 5.2, the CTMP based on sulfonated chips consumes more refining energy than TMP, as well as other softwood CTMP [222], which can be ascribed to the increased flexibility and compressibility of the long and slender softwood fibres that limit the maximum energy absorbed over the course of

refining [223]. In addition, as demonstrated in Figure 5.2, during selective refining, M-CTMP_{LF} demands less energy than M-TMP_{LF}, implying the existence of a synergistic effect between the sulfonation and the selective refining for long-fibres fractions that markedly reduces the refining energy, as seen in the result of our previous study [202].

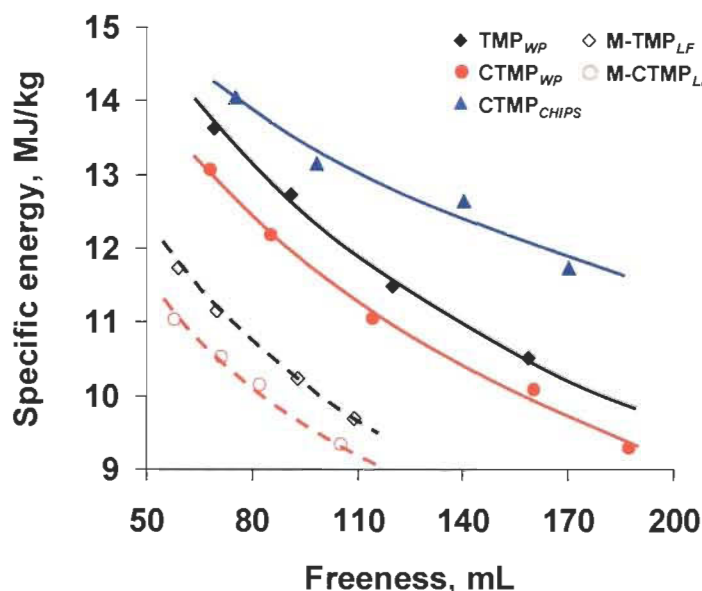


Figure 5.2 Refining energy consumption of whole pulp refining and selective refining

As we all know, the yield loss during chemical treatment will influence the energy demand, meaning more chips needed to give the same amount of pulps and consequently offsetting one part of energy. For pilot-scale mechanical pulping, the precise yield is not easy to acquire directly. However, it might be reflected indirectly by the concentration of total organic carbon in effluent liquor, which has already been proven to show a good correlation between the loss in pulp yield and the increase in dissolved organics substances [224]. In Table 5.1, the values of total organic carbon from various mechanical pulps are listed. The sulfonation on chips or fibres in this experiment does not lead to a big increase of TOC, meaning no significant yield loss involved with chemical treatment in this case. Therefore, the impact of yield loss on refining energy could be excluded for the comparison between the mechanical pulping methods.

Fibre length

As shown in Figure 5.3, for whole-pulp refining, compared to TMP, the CTMP from sulfonated chips has the longest fibre length, which may be attributed to selective fibre separation caused by the softening of the middle lamella and primary wall during the first refining stage [58]. The M-TMP_{LF} and M-CTMP_{LF} produced by selective refining have improved fibre length, near to the fibre length of CTMP from sulfonated chips, compared to TMP_{WP} and CTMP_{WP} from whole-pulp refining. This result might be explained by the hypothesis that the applied force will be distributed more uniformly on long fibres without amounts of short fibres, thus making fibres being developed instead of being shortened during selective refining. According to the research of Miles et al [45], due to the high cell wall thickness, Jack pine fibres are more difficult to deform during refining, rendering them prone to be shortened; in order to preserve the fibre length, the refining with extremely low intensity could be adopted, however, consuming extremely high refining energy. Thus, from this point, the selective refining exhibits certain advantages over whole-pulp refining to maintain the fibre length, particularly without the expense of excessively energy demand (see Figure 5.2).

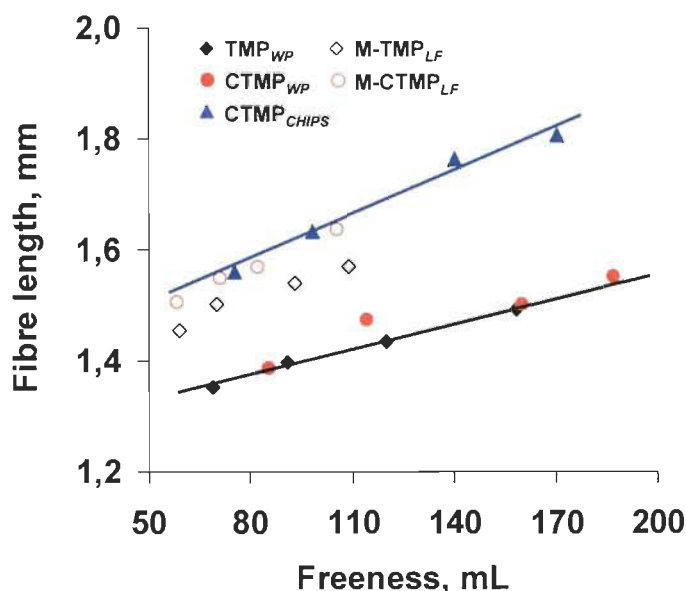


Figure 5.3 Fibre length versus freeness for various pulps produced by selective refining and whole-pulp refining

Strength properties

Tensile strength mainly is a reflection of the bonding strength, which is dependent on the surface contact area in the network of fibres influencing ultimately link between fibres by means of hydrogen bonds. More fibre charge, fibre collapse or fibre fibrillation make fibres more flexible and conformable, which can promote the contacts of fibres to strengthen pulps [161, 164, 225, 226]. Figure 5.4 shows the influence of selective refining and whole-pulp refining on tensile strength of TMP and CTMP. Evidently, the tensile strength of TMP can be improved by selective refining in comparison to whole-pulp refining. This can account for the decrease of fibre coarseness during selective refining, which makes fibres more flexible [202]. At the same time, for CTMP, the highest tensile strength can be achieved from the pulp obtained through the sulfonation of chips followed by whole-pulp refining because of its high sulfonic group content (see Table 5.1). However, compared to whole-refining on sulfonated whole fibres, selective refining on sulfonated long fibres can also produce the pulp with a better tensile index owing to the higher sulfonic group content (Table 5.1) and the lower fibre cell wall thickness [219].

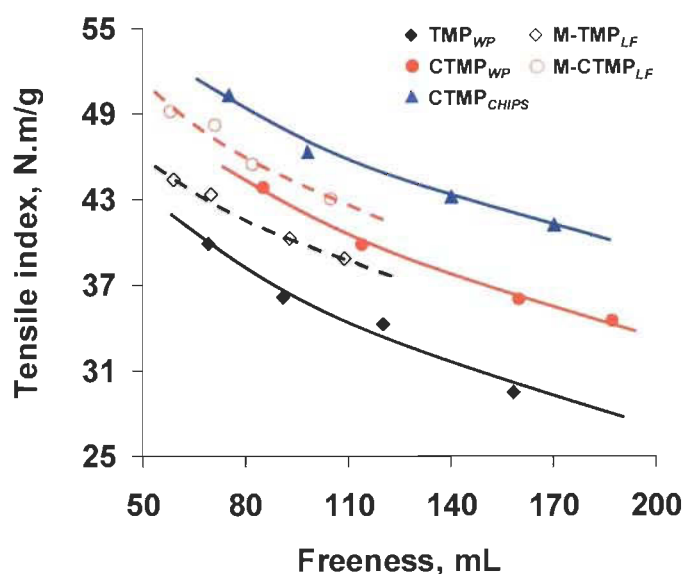


Figure 5.4 Tensile strength of pulp produced by selective refining and whole-pulp refining

The tear strength of different mechanical pulps is presented in Figure 5.5. It can be seen clearly that the tear strength of mechanical pulp including $M-TMP_{LF}$ and $M-CTMP_{LF}$ from selective refining is higher than that from whole-pulp refining including TMP_{WP} and $CTMP_{WP}$ correspondingly. These results are related to the difference of fibre length. $M-TMP_{LF}$ and $M-CTMP_{LF}$ have longer fibres than TMP_{WP} and $CTMP_{WP}$, as shown in Figure 5.3. As a rule of thumb, tear index is strongly dependent on the fibre length, i.e. tear strength increases with increasing fibre length [227, 228]. At the same time, when compared to $CTMP_{CHIPS}$, another type of whole-pulp refining pulp, selective refining pulp (TMP_{WP} and $CTMP_{WP}$) has a lower tear index at relatively high freeness likely due to its slightly shorter fibre length. However, at low freeness, the discrepancy between the tear strength of this pulp diminishes, namely, the $CTMP_{CHIPS}$. It has almost the same tear index as selective refining pulp, which can be explained because increased bonding strength securely holds fibres in the network, resulting in more fibre breakage and fewer pull-outs [229].

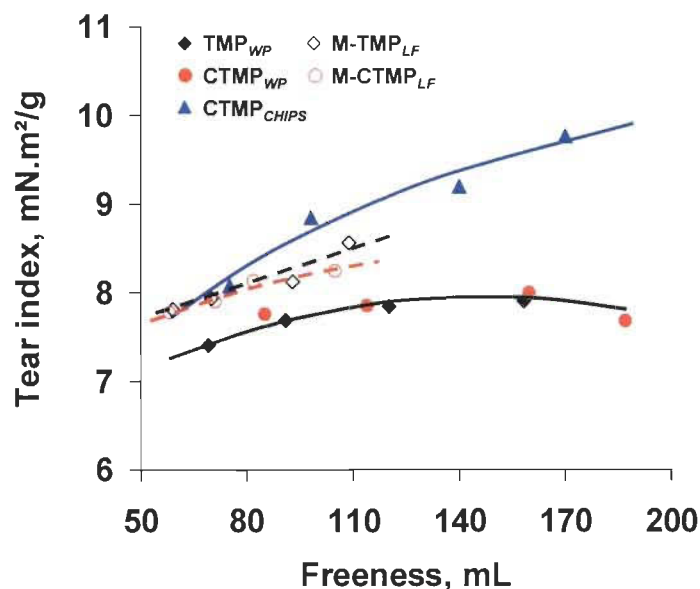


Figure 5.5 Tear strength of pulp from selective refining and whole-pulp refining

Optical properties

From Figure 5.6 to Figure 5.8, the optical properties of handsheets made from selective refining and whole-pulp refining are shown as a function of pulp freeness. For TMP ,

selective refining produces the pulp with a lower brightness than whole-pulp refining (Figure 5.6) likely due to the darkening effect produced by the more contacting of long fibrers with the ambient oxygen during the manipulation during selective refining. Meanwhile, for CTMP, the pulp from selective refining has similar brightness as the pulp from whole-pulp refining on whole-sulfonated fibres. However, both of these CTMPs have inferior brightness to CTMP from whole-pulp refining on sulfonated fibres. The loss of brightness for selective refining pulp is a disadvantage of this selective refining; however, we presume that the loss of brightness could be reduced or eliminated in the closed industrial system.

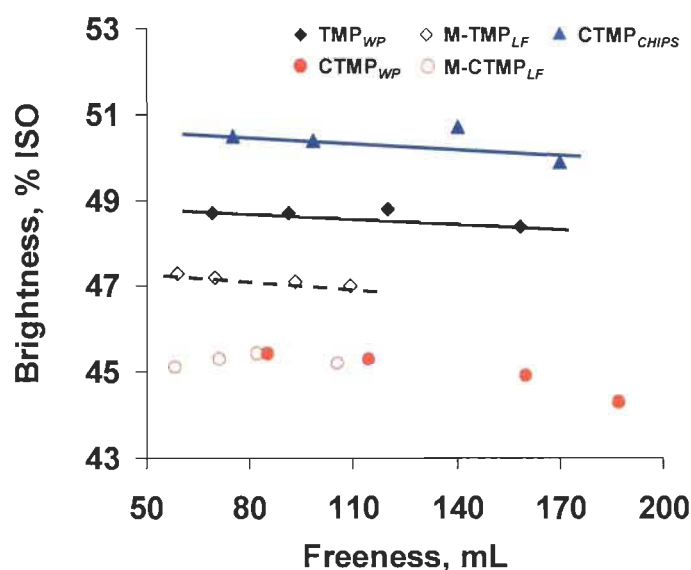


Figure 5.6 Brightness of pulp from selective refining and whole-pulp refining

As for light scattering coefficient, as shown in Figure 5.7, selective refining presents different impacts on TMP and CTMP. TMP from selective refining has lower light scattering compared to that from whole-pulp refining, while CTMP from selective refining can scatter more light than that from whole-pulp refining including CTMP_{WP} and CTMP_{CHIPS}. As we known, fibre flexibility or conformability, as well as fines content and their property, can influence the scattering coefficients of pulp. As mentioned previously [202, 219], selective refining can render long fibres more flexible, improving the bonding of fibres thus decreasing the light scattering coefficient, just like in the case of TMP in Figure 5.7. However, compared to CTMP from whole-pulp refining, the reconstructed CTMP from selective refining has higher light scattering

coefficient because the short-fibre fractions with high specific surface areas (mainly primary fines) without contact to chemicals are added back to long-fibre fractions.

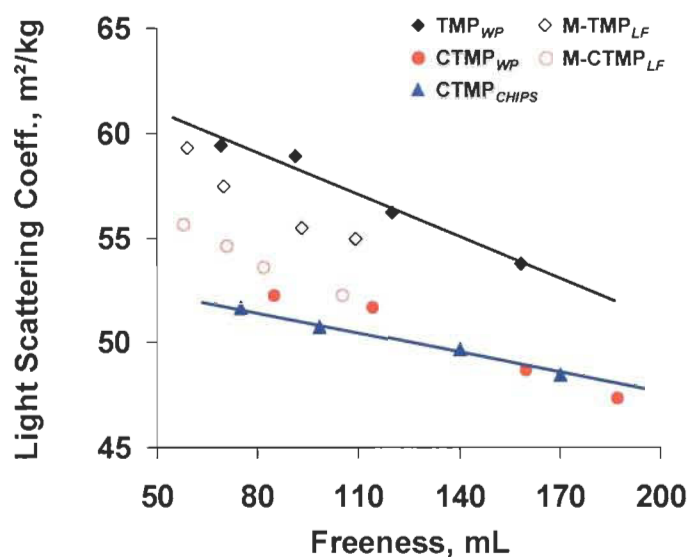


Figure 5.7 Light scattering capability of pulp from selective refining and whole-pulp refining

Corresponding to the lower light scattering coefficient, the CTMP from whole-pulp refining also has a lower opacity than CTMP from selective refining. However, the opacity of TMP from selective refining and whole-pulp refining does not show an obvious difference (see Figure 5.8).

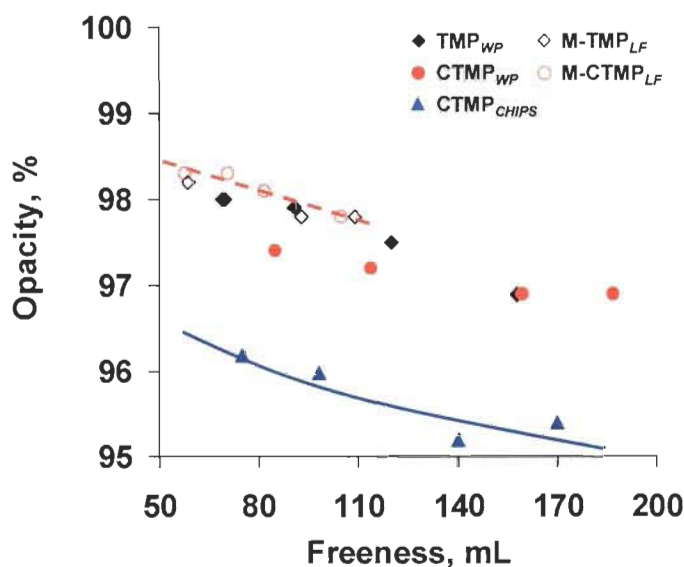


Figure 5.8 Opacity of pulp from selective refining and whole-pulp refining

Fibres surface properties

As an example, Figure 5.9 depicts a low-resolution survey spectrum of CTMP from selective refining before the extraction with acetone. The spectrum consists of 1s electrons from carbon (C1s, 531eV) and oxygen (O1s, 285eV) as well as the associated Auger electron peak (OKLL). The atomic ratios between oxygen and carbon obtained from the survey spectrum are listed in Table 5.2. In order to obtain more XPS information, the C1s in low-resolution spectrum are deconvoluted to get high-resolution spectra illustrated in Figure 5.10. Four bands, C1-C4, originating from C1s after the deconvolution could be obtained, which agreed well with the XPS results of mechanical pulp reported in the literature [230, 231]. Based on the relative C1 areas in the high-resolution spectra before and after the acetone extraction, the surface coverage of lignin and extractive can be acquired, as listed in Table 5.2.

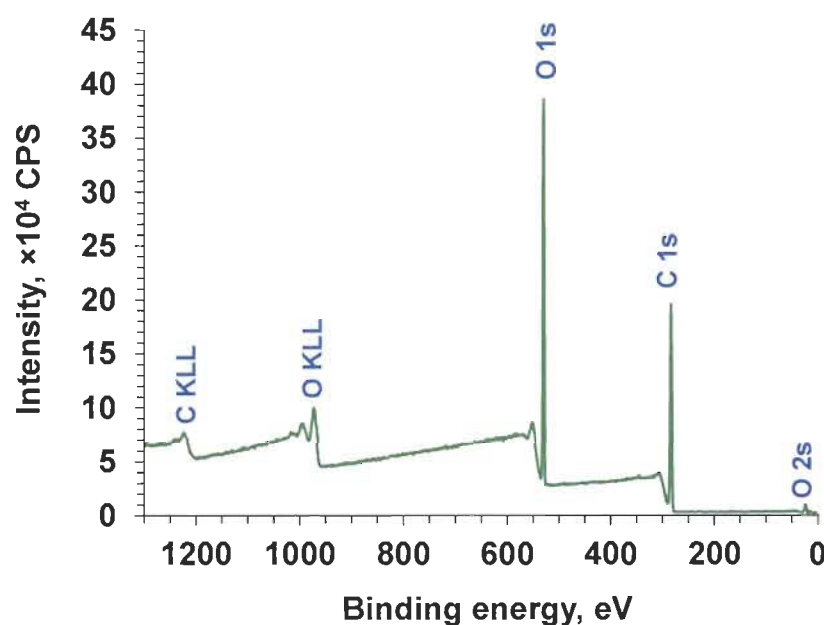


Figure 5.9 A typical XPS survey spectrum of CTMP_{LF} sample before acetone extraction

The measured O/C atomic ratios from various mechanical pulps are compared in Table 5.2, showing that O/C ratios (around 0.52) from selective refining pulp are higher than corresponding ratios of whole-pulp refining pulp, which are below 0.50. When these calculated O/C atomic ratios are compared with the known theoretical O/C ratios of regular pulp composition [232], e.g. cellulose (0.83), hemicelluloses (0.81), lignin (0.33)

and extractives (from as low as 0.03 up to 0.11), it can be concluded that selective refining can expose more cellulose and/or hemicellulose than whole-pulp refining, which will be helpful for enhancing hydrophilicity of fibres surface.

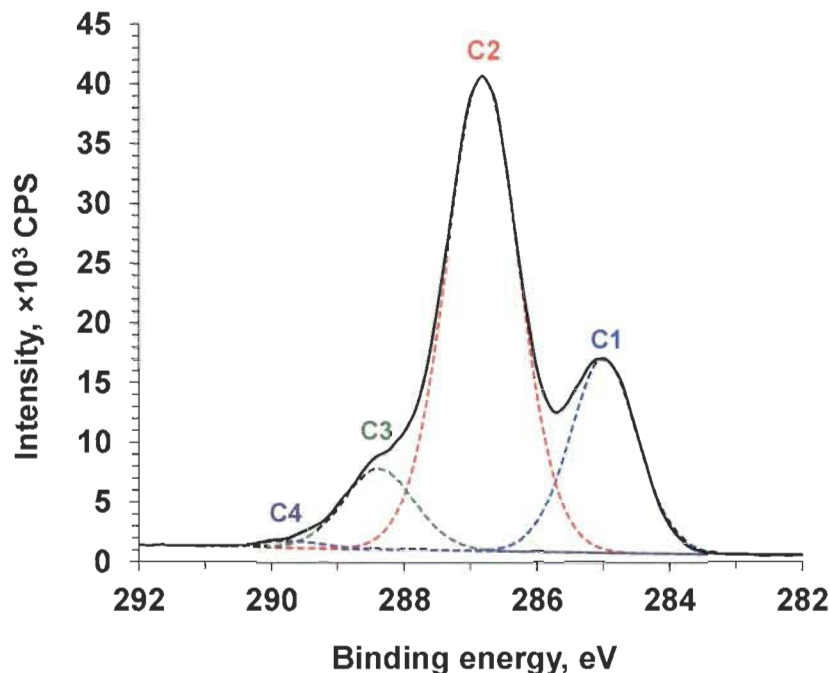


Figure 5.10 High resolution XPS spectra with component-fitted carbon 1s region for CTMP_{LF} before acetone extraction

As stated in the literature, the concentrations of the lignin and the extractives on the pulp surfaces are higher than the bulk concentration of the lignin and the extractives in the pulps [161, 233, 234, 235]. These hydrophobic materials on fibre surfaces are unfavorable to sheet strength because their presence can negatively influence the inter-fibre bonding capability by limiting the hydrogen bonding between cellulose chains [236, 237, 238]. The surface coverage by lignin and extractives from different mechanical pulps are also compared in Table 5.2. The difference for surface coverage of lignin between the mechanical pulp fibres from selective refining and whole-pulp refining is not significant. However, the pulp from selective refining has lower surface coverage of extractives compared to whole-pulp refining. Reportedly, during the primary stage refining of TMP, the extractive materials encapsulated in resin canals and parenchyma cells could be liberated, a part of which will redeposit onto the fibres [29]; the fines could adsorb more extractives due to their high specific surface [239]. During

selective refining, long-fibre fractions are refined separately from short-fibre fractions that contain amounts of extractives, thus avoiding the transition of extractives from short-fibre fractions onto long fibres, which might be one of the reasons why selective refining pulp fibres have less surface coverage by extractives as indicated in Table 5.2. The lower surface coverage of extractives in selective refining pulps can likely account for the higher tensile strength of TMP_{LF} and $\text{M-CTMP}_{\text{LF}}$ compared to TMP_{WP} and CTMP_{WP} (see Figure 5.4).

Table 5.2 Oxygen/carbon atomic ratios (O/C) and surface coverage by lignin and extractives on fibres of different mechanical pulp

Samples	Freeness (mL)	O/C	Lignin (%)	Extractives (%)
M-TMP_{LF}	109	0.52 (0.004)	28.49 (2.45)	12.04 (3.18)
	70	0.54 (0.002)	35.69 (0.59)	2.31 (0.28)
TMP_{WP}	120	0.47 (0.008)	29.67 (6.03)	15.68 (1.38)
	91	0.42 (0.005)	30.75 (1.09)	25.44 (0.59)
$\text{M-CTMP}_{\text{LF}}$	105	0.51 (0.03)	33.47 (1.48)	10.02 (6.07)
	71	0.52 (0.02)	30.89 (4.30)	8.55 (0.80)
CTMP_{WP}	114	0.49 (0.003)	34.58 (3.40)	10.90 (1.25)
	85	0.48 (0.007)	30.10 (2.98)	14.84 (3.88)
$\text{CTMP}_{\text{CHIPS}}$	170	0.44 (0.02)	27.75 (1.62)	22.66 (3.98)
	98	0.46 (0.009)	33.46 (4.120)	14.59 (0.49)

N.B.: The samples were from fraction R28 collected by BMN; The values in the parentheses are the standard deviation.

Figure 5.11 portrays the different morphology of mechanical pulp fibres from selective refining and whole-pulp refining, showing different behavior of fibre development during different refining system. Interestingly, the rupture and the splitting along the direction of fibres axis are predominant during the selective refining as shown in Figure

5.11 (a and b). However, for whole-pulp refining, the delamination to remove the middle lamella layer instead of the splitting occurs during fibre development as shown in Figure 5.11 (c, d and e). This observation supports the hypothesis that was used to explain the fibre development mechanism in our earlier research [202, 219].

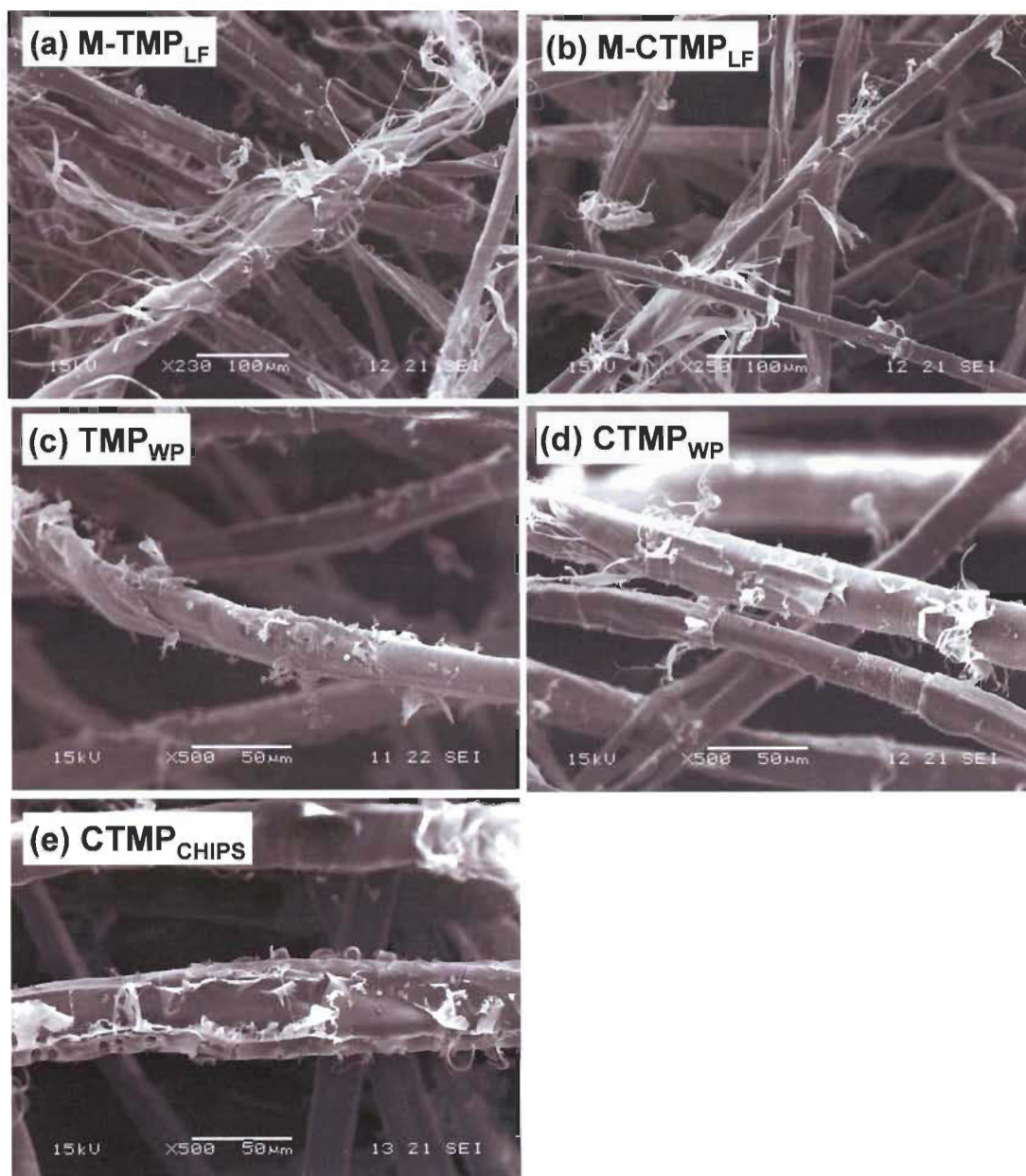


Figure 5.11 SEM images showing surface morphology of fibres from selective refining and whole-pulp refining: The samples were from fraction R28 collected by BMN

Conclusions

It is not the definitive aim to hastily judge which kind of refining system, selective refining or whole-pulp refining, is superior over the other because many factors should be taken into account during the production of mechanical pulp. Whereas, this research on the pilot trial of mechanical pulping involved in selective refining and whole-pulp refining can provide some valuable reference to the mechanical pulping industry.

Compared to whole-pulp refining, selective refining needs less refining energy to reach a given freeness of mechanical pulp. The mechanical pulp with the higher O/C values and less surface coverage of extractive can be obtained by selective refining. During selective refining, fibres could be developed by the splitting and rupture along the axis of the fibres without sacrificing the fibre length.

For TMP, compared to whole-pulp refining, selective refining can improve tensile and tear strength; meanwhile, it brings a negative effect on brightness and light scattering coefficient without influencing the opacity. For CTMP, the pulp from selective refining has better tensile and tear strength than that from whole-pulp refining except for CTMP of sulfonated chips; moreover, its light scattering capacity and opacity are better than whole-pulp refining pulp at the sacrifice of brightness.

Acknowledgements

The authors wish to thank Mr.Gaston Michaud and his colleagues, from CEGEP of Trois-Rivieres, for conducting the fractionation of about 1 ton of mechanical pulp in total. We would also like to thank Mr.Alain Marchand and Mr.Daniel Bégin for their skillful work during the production of mechanical pulp as well as the preparation and analysis of handsheets. Thanks are also due to Agnès Lajeune for performing the XPS and SEM analysis. The financial support from the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) is gratefully acknowledged.

Chapitre 6 - Conclusions

Un nouveau procédé de mise en pâte mécanique pour le pin gris a été développé. Il consiste en un traitement chimique et un raffinage sélectif des fibres longues qui ont été obtenues par le fractionnement de la pâte thermomécanique de pin gris après le premier stade de raffinage à l'aide d'un tamis sous pression en deux stades équipé d'un panier avec de petites ouvertures (0,25 mm).

Selon l'étude préliminaire, pour la pâte mécanique de pin gris, un raffinage sélectif peut réduire l'énergie de raffinage comparé au raffinage de pâte entière. Le raffinage sélectif avec un traitement au sulfite de sodium demande moins d'énergie de raffinage comparé au raffinage sélectif sans traitement. Un raffinage sélectif peut faciliter l'épluchage et la délamination des fibres avec un raccourcissement des fibres, ce qui produit une pâte avec une meilleure résistance à la rupture et une plus basse résistance à la déchirure. Le raffinage sélectif, particulièrement avec un traitement au sulfite de sodium, augmente la valeur de rétention d'eau et la charge des fibres qui ont un impact positif sur les liaisons interfibres. En comparaison au raffinage sélectif sans traitement chimique, le raffinage sélectif avec traitement chimique peut réduire la teneur en bûchettes de la pâte et améliorer la rugosité de surface et la résistance à la rupture, sans nuire à la résistance intrinsèque à la traction (zero-span), mais il présente un effet négatif sur le bouffant et le coefficient de diffusion. Parmi tous les produits chimiques qui ont été essayés dans cette étude, le sulfite de sodium montre un plus grand avantage au niveau de l'économie énergétique et de l'indice de rupture des pâtes.

D'après l'optimisation du raffinage sélectif sur les fibres de pin gris, des modèles mathématiques ont été établis. Les conditions optimales de sulfonation sur les fibres longues avant un raffinage sélectif ont ainsi pu être déterminées, soit un pH de 11, 30 minutes de temps de sulfonation et 4% de charge en sulfite de sodium. Les modèles montrent qu'un pH élevé peut augmenter les propriétés physiques, mais réduit le coefficient de diffusion de la lumière et requiert plus d'énergie de raffinage. Un haut dosage de sulfite de sodium améliore la résistance à la traction et réduit l'énergie de raffinage, en sacrifiant la résistance à la déchirure et le coefficient de diffusion à la

lumière. L'augmentation du temps de sulfonation sur les fibres longues diminue l'énergie lors d'un raffinage sélectif, améliore la résistance à la déchirure, mais réduit l'indice de résistance à la traction et le coefficient de diffusion de la lumière. L'interaction du pH et du temps de traitement a un impact positif sur l'énergie de raffinage et une influence négative sur la résistance à la déchirure et sur le coefficient de diffusion à la lumière de la pâte. Un haut pH et un haut dosage de sulfite de sodium sont favorables à produire la pâte avec plus de groupements acides. Le traitement sur les fibres longues à pH élevé et un long temps de traitement peut décroître la masse linéique durant le raffinage sélectif subséquent.

Une comparaison systématique entre le raffinage sélectif et le raffinage sur la pâte entière pour produire de la PTM et de la PCTM a été faite. Pour produire ces deux types de pâte (PTM et PCTM), un raffinage sélectif requiert moins d'énergie du raffinage pour atteindre le même indice d'égouttage qu'un raffinage de pâte entière. L'efficacité énergétique du raffinage sélectif peut être associée avec le fait que la force de raffinage est appliquée plus efficacement sur les fibres longues sans la protection des fibres courtes lors du raffinage sélectif. Pour la PTM, comparé au raffinage de la pâte entière, un raffinage sélectif peut augmenter l'indice de rupture et l'indice de déchirure, mais il apporte un effet négatif sur la blancheur et le coefficient de diffusion de la lumière. Pour la PCTM, la pâte provenant du raffinage sélectif a de meilleurs indices de rupture et de déchirure que celle à partir du raffinage de la pâte entière, mais non par rapport à la PCTM de copeaux sulfonés; aussi, son coefficient de diffusion de la lumière et son opacité sont plus élevés que ceux de la pâte de raffinage sur la pâte entière.

La longueur des fibres de pâte provenant du raffinage sélectif, qui est approximativement celle de la longueur de fibre de pâte chimico-mécanique à partir de copeaux sulfonés, est supérieure à celle des pâtes provenant du raffinage de pâte entière. Le raffinage sélectif peut produire une pâte avec des fines caractérisées par un volume spécifique de sédimentation plus faible. L'analyse de surface des fibres par SPX indique que le raffinage sélectif peut produire une pâte avec un plus haut rapport oxygène sur carbone, en exposant plus de cellulose ou d'hémicellulose en comparaison au raffinage de la pâte entière. La pâte du raffinage sélectif présente moins de couverture de surface

par les matières extractibles par rapport à celle provenant d'un raffinage de la pâte entière. Selon les images au MEB, la rupture et la scission axiale des fibres sont plus évidentes au cours du raffinage sélectif sans sacrifier la longueur des fibres. Cependant, la délamination plutôt que la scission s'observe au cours du développement des fibres lors du raffinage de pâte entière pour enlever la couche de lamelle mitoyenne. Ce résultat pourrait s'expliquer par l'hypothèse que la force appliquée sera distribuée plus uniformément sur les fibres longues, ce qui tend à mieux développer les fibres au lieu de les couper au cours du raffinage sélectif.

Chapitre 7 - Recommandations pour la recherche future

Considérant que le raffinage sélectif peut réduire l'énergie du raffinage et la PCTM de copeaux sulfonés a une meilleure résistance à la traction mais avec une plus grande consommation d'énergie, on recommande qu'un raffinage sélectif puisse être appliqué sur la mise en pâte de PCTM de copeaux sulfonés après le premier stade de raffinage.

Dans cette étude, le raffinage sélectif a été effectué à une consistance de raffinage relativement haute; selon les résultats de la recherche, un raffinage à basse consistance peut réduire l'énergie de raffinage, donc il serait intéressant d'essayer un raffinage à basse consistance sur le pin gris.

Basé sur cette étude, nous avons appris que les traitements chimiques des fibres longues avant un raffinage sélectif ont certains avantages, donc plus des produits chimiques pourraient être essayés. D'ailleurs, en ce qui nous concerne, les enzymes pourraient aussi modifier les fibres efficacement et augmenter la valeur de rétention d'eau et enlever les matières extractibles, donc on pourra les utiliser pour traiter les fibres du pin gris.

Bibliographie

- 1 Law, K.N., Valade, J.L. the Status of the Utilization of Jack Pine in the Pulp and Paper Industry, Canadian Journal of Forest Research, 24(10): 2078-2084 (1994)
- 2 Westman, G.F., Algar, D. Jack Pine Fertilization and Nutrition Studies: Three Year Results, Canadian Journal of Forest Research, 4(3): 381-398 (1974)
- 3 Harvey, R. La Politique de Reboisement du Québec dans Atelier de Travail sur la Culture de Semis en Récipients, Québec, Ed. Officielle du Québec, Gouv. Du Québec, p.70-84 (1980)
- 4 Dancause, A. Situation de Pin Gris dans le Domaine de la Régénération Artificielle du Québec, Forêt Conservation, 42(5): 10-15 (1976)
- 5 Association Canadienne des Pâtes et Papiers. Tables de statistique, Montréal, Canada, p.19-41 (1999)
- 6 Barbe, M., Jancknecht, S., Rémillard, B., Lapointe, M. Properties of Mechanical and Chemimechanical Jack Pine (*Pinus Banksiana*), Part III: Interstage. Prodeeding TAPPI Pulping Conference, Seattle, USA, p.117-129 (1989)
- 7 Barbe, M., Rémillard, B., Lapointe, M. Mise en Pâte Mécanique et Chimicomécanique de Pin Gris, Pulp & Paper Canada, 90(12): 191-205 (1989)
- 8 Jossart, D., Barbe, M.C., Lapointe, M., Law, K.N. Properties of Mechanical and ChemiMechanical Jack Pine Pulps: Part 1: Thermomechanical Pulps, Pulp & Paper Canada, 89(4): T115-122 (1988)
- 9 Barbe, M.C., McDonald, J.E. Properties of Jack Pine Chemimechanical Pulps, CPPA 72nd Annual Meeting Technical Section, Montreal, QC, Canada, B261-B272 (1986)

- 10 Law, K.N., Valade, J.L., Yang, K.C. Fibre Development in Thermomechanical Pulping: Comparison between Black Spruce and Jack Pine, *Journal of Pulp Paper Science*, 24(2): 73-76 (1998)
- 11 Laliberte, D., Shallhorn, P.M., Karnis, A. Comparison of TMP and CTMP Properties from Spruce and Pine Sawmill Chips, *Pulp & Paper Canada*, 88(3): 94-100 (1987)
- 12 Chisholm, R.J., Munger, L., Wood, J.R. Elevated Levels of Jack Pine in Newsprint. Can We Do It? Yes We Can, *Pulp & Paper Canada*, 105(9): T203-206 (2004)
- 13 Lanouette, R. Étude du Pin Gris dans la Mise en Pâte à haut Rendement, Doctoral thèse, Université Laval, 175 Pages (1998)
- 14 Karnis, A. the Mechanism of Fiber Development in Mechanical Pulping, *Journal of Pulp and Paper Science*, 20 (10): 280-288 (1994)
- 15 Ferluc, A., Lanouette, R., Bousquet, J. P., Bussi eres, S. Optimum Refining of TMP Pulp by Fractionation after the First Refining Stage, *International Mechanical Pulping Conference*, Minneapolis, USA, CD-ROM, 11 Pages (2007)
- 16 Stationwala, M.I., Mathieu, J., Karnis, A. on the Interaction of Wood and Mechanical Pulping Equipment. Part 1: Fibre Development and Generation of Fines, *Journal of Pulp and Paper Science*, 22(5): J155-J160 (1996)
- 17 Isenberg, I.H. *Pulpwoods of the United States and Canada*, Vol. 1 Conifers, the Institute of Paper Chemistry, Appleton, Wisconsin (1980)
- 18 Lee, J., Balatinecz, J.J., Whiting, P. the Optical Properties of Eight Eastern Canadian Wood Species. Part I. The Inherent Optical Properties of the Wood, *Journal of Pulp and Paper Science*, 14(6): J145-J150 (1988)

- 19 Huang, F. the Mechanism of Rupture of Early- and Latewood in Refining, Doctoral Thesis, Université du Québec à Trois-Rivières, 201 Pages (2006)
- 20 Panshin, A.J., de Zeeuw, C. Textbook of Wood Technology, 4th edition, McGraw-Hill Book Co., New York (1980)
- 21 Tay, C.H., Machester, D.F. Jack Pine as Pulpwood for Newsprint Manufacture. Part 1. The Significance of Fibre Morphology and Extractives, Canadian Wood Chemistry Symposium (Niagara Falls) Proc. p.109-114 (1982)
- 22 Anon. Canadian Woods - Their Properties and Uses, Forestry Branch, Ministry of Resources and Development, Canada (1951)
- 23 Beath, L.R., Mihelich, W.G. Refiner Mechanical Pulping of Chemically Pretreated Wood, Tappi Journal, 60(12): 77-81 (1977)
- 24 Berzins, V. Chemical Composition of woods, Pulp and Paper Research Institute of Canada, Pointe-Claire, Québec, Canada, p.61 (1966)
- 25 Sinclair, G.D., Dymond, D.K. The Distribution of Composition of Extractives in Jack Pine Trees, Canadian Journal of Forest Research, 3(4): 516-521 (1973)
- 26 Hatton, J.V., Hunt, K. Chemical Properties of Juvenile and Mature Wood from Second-Growth Jack Pine, Cellulose Chemistry and Technology, 27(1): 17-32 (1993)
- 27 Back, E.L. the Location and Morphology of Resin Components in the Wood, In pitch Control, Wood Resin and Deresination (Back, E.L. and Allen, L.H., eds). Tappi Press , p.1-35 (2000)
- 28 Redmond, W.A., Coffey, B.B., Shastri, H.I. and Manchester, D.F. Non-Structural Chromophoric Substances in Jack Pine Wood and Pulps, Pulp & Paper Canada, 72(1): 85-92 (1971)

- 29 Cisneros, H.A., Drummond, J.G. Release of Resins during Mechanical Pulping, CPPA 81st Annual Meeting Technical Section, Montreal, Canada, p.B97-B103 (1995)
- 30 Allen, L.H. Pitch Control during the Production of Aspen Kraft pulp. *Pulp & Paper Canada*, 89(10): 87-91 (1988)
- 31 Gutiérrez, A., Del Río, J.C., Gonzáles-Vila, F.J., Martín, E.F. Chemical Composition of Lipophilic Extractives from *Eucalyptus globules* Labill, *Wood. Holzforschung*, 53(5): 481-486 (1999)
- 32 Fernando, D., Hafrén, J., Gustafsson, J., Daniel G. Micromorphology and Topochemistry of Extractives in Scots Pine and Norway Spruce Thermomechanical Pulps: a Cytochemical approach, *Journal of Wood Science*, 54(2): 134-142 (2008)
- 33 Franzen, R. General and Selective Upgrading of Mechanical Pulps, *Nordic Pulp & Paper Research Journal*, 1(3): 4-13 (1986)
- 34 Heum, J.R., Gregersen, O.W., Johansson, L. Effects of Extractives on TMP Refining and Pulp Properties, *International Mechanical Pulping Conference*, Oslo Norway, p.137-142 (2005)
- 35 Allen, L.H. Pitch Control in Pulp Mills, In *Pitch Control, Wood Resin and Deresination*)Back, E.L. and Allen, L.H., eds), Tappi Press, p.307-328 (2000)
- 36 Leach, J.M., Thakore, A.N. Toxic Constituents in Mechanical Pulping Effluents, *Tappi Journal*, 59(2): 129-132 (1976)
- 37 Liss, S.M., Bicho, P.A., Saddler, J.N. Microbiology and Biodegradation of Resin Acids in Pulp Mill Effluents: a Mini Review, *Canadian Journal of Microbiology*, 43(7): 599-611 (1997)

- 38 Paterson, H.A. Grinding of Jack Pine for Newsprint Manufacture, *Pulp & Paper Canada*, 38 (2): 146-147 (1937)
- 39 Hyttinen, A., Schafer, E.R. The Ground Pulping of Balsam Fir and Jack Pine. U.S. Dept. of Agriculture, Forest Service, Forest Report (Forest Products Laboratory (U.S.)) no.2139, Madison, Wisconsin, USA (1965)
- 40 Attack, D., Stationwala, M.I., Fontebasso, J. Pressurized Grinding of Jack Pine, *Journal of Pulp and Paper Science*, 9(2): 33-37 (1983)
- 41 Brandal, J., Lindheim, A. Influence of Extractives in Groundwood Pulp on Fibre Bonding, *Pulp & Paper Canada*, 67(10): T431-T435 (1966)
- 42 McMillin, C.W. Wood Chemical Composition as Related to Properties of Handsheets Made from Loblolly Pine Refiner Groundwood, *Wood Science and Technology*, 3(3): 232-238 (1969)
- 43 Leask, R.A. Mechanical Pulp, Past and Present, *Southern Pulp and Paper Manufacturer*, 40(3): 26-27, 30-33 (1977)
- 44 Hatton, J.V., Johal, S.S. Mechanical and Chemithermomechanical Pulps from Second-growth Softwoods, *Pulp & Paper Canada*, 95(12): 67-73 (1994)
- 45 Miles, K.B., Omholt, I. Thermomechanical Pulp from Jack Pine, *Journal of Pulp and Paper Science*, 33(3): 171-176 (2007)
- 46 Stationwala, M.I. Abrasive Refiner Plates for the Production of Mechanical Pulp, *Tappi Journal*, 70(10): 124-127 (1987)
- 47 Mercier, A. Operation of TMP System at the Domtar Mill in Donnacona, Quebec, *Pulp & Paper Canada*, 89(6): 106-107 (1988)
- 48 Amiri, R., Begin, B., Deshaies, S., Mozaffari, S. Effects of Wood and Pulp Quality on Linting Propensity, *Pulp & Paper Canada*, 105(6): 23-29 (2004)

- 49 Lanouette, R., Bergeron, F., Daneault, C. Characterisation of Jack Pine - Spruce Mixtures, Pulping Conference, Seattle, United States, p.13-18 (2001)
- 50 Law, K.N. An Autopsy of Refiner Mechanical Pulp, Pulp & Paper Canada, 106(1): 37-40 (2005)
- 51 Law, K.N. Refining Earlywood and Latewood - A Difficult Balance, PAPTAC 91st Annual Meeting, Montreal, Canada, p.D545-D550 (2005)
- 52 Law, K.N. Revisiting the Properties of Thermomechanical Pulp, Revue A.T.I.P., 58(2): 11-17 (2004)
- 53 Law, K.N., Lanouette, R., Huang, F. Impact of Early- and Latewood on Thermomechanical Pulping, PAPTAC 93rd Annual Meeting, Montreal, Canada, p.A77-A82 (2007)
- 54 Lanouette, R., Huang, F., Law, K.N. Jack Pine TMP: Earlywood versus Latewood and Effect of Refining Temperature, International Mechanical Pulping Conference, Minnesota, USA, CD-ROM, 8 pages (2007)
- 55 Huang, F., Lanouette, R., Law, K.N. Effect of Primary Stage Refining Temperature on Fibre and Paper Properties of Jack Pine TMP, PAPTAC 92th Annual Meeting, Montreal, Canada, p.A415-A419 (2006)
- 56 Raminosoa, E., Lanouette, R. Development of Fibre Fractions during Thermomechanical Pulping of Jack Pine, PAPTAC 93rd Annual Meeting, Montreal, Canada, p.A83-A88 (2007)
- 57 Konn, J., Pranovich A., Holmbom, B. Dissolution of Fibre Material in Alkaline Pretreatment and Refining of Spruce CTMP, *Holzforschung*, 60(1): 32-39 (2006)
- 58 Salmen, L., Petterson, B. The Primary Wall: Important for Fibre Separation in Mechanical Pulping, *Cellulose Chemistry and Technology*, 29(3): 331-337 (1995)

- 59 Tay, C.H., Fairchild, R.S., Manchester, D.F. Sulfite/quinone Pulping for Production of Chemimechanical Pulp from Jack Pine, *Journal of Pulp and Paper Science*, 10(5): 134-139 (1984)
- 60 Tay, C.H., Imada, S.E. Chemimechanical Pulp from Jack Pine by Sulfite/quinone Pulping, *Journal of Pulp and Paper Science*, 12(3): J60-J66 (1986)
- 61 Bohn, W.L., Sferrazza, M.J. Alkaline Peroxide Mechanical Pulping, A Revolution in High Yield Pulping, *International Mechanical Pulping Conference*, Helsinki, Finland, p.184-200 (1989)
- 62 Xu, E.C., Sabourin, M.J. Evaluation of APMP and BCTMP for Market Pulps from South American Eucalyptus, *Tappi Journal*, 82(12): 75-82 (1999)
- 63 Francis, R.C., Hausch, D.L., Xu, E.C., Kamdem, D.P. Hardwood Chemimechanical Pulps Sulfonation versus Hydrogen Peroxide Pretreatment, *Appita Journal*, 54(5): 439-443 (2001)
- 64 Yuan, Z.R., Heitner, C., McGarry, P. Evaluation of the APMP Process for Mature and Juvenile Loblolly Pine, *Tappi Journal*, 5(7): 24-32 (2006)
- 65 Munster, H.F. Alkaline Peroxide Mechanical Pulping - A Revolution in High Yield Pulping, *Revue A.T.I.P.*, 44(1): 11-18 (1990)
- 66 Barnet, A.J., Vihmari, P. OPCO Process Pilot Plant, *Pulp & Paper Canada*, 84(9): 52-55 (1983)
- 67 Heitner, C., Atack, D., Karnis, A. Ultra-High Yield Pulping of Eastern Black Spruce. Part. III. Interstage Sulfonation, *Svensk Papperstidning*, 85(6): 78-86 (1982)

- 68 Tyrväinen, J., Law, L.N., Valade, J.L. Alkaline-Peroxide Inter-Stage Treated Mechanical Pulp from Jack Pine. Part I. Introduction and Pulp Physical Properties, *Pulp & Paper Canada*, 98(6): 57-61 (1997)
- 69 Tyrväinen, J., Law, K.N., Valade, J.L. Alkaline-Peroxide Inter-Stage Treated Mechanical Pulp from Jack Pine. Part II. Pulp Optical properties, Color Reversion, Extractives Content, and Process Implications, *Pulp & Paper Canada*, 98(7): 26-30 (1997)
- 70 Lanouette, R., Valade, J.L., Thibault, J. Optimization of an Alkaline Peroxide Interstage Treatment of Jack Pine (*Pinus banksiana* Lamb.) Using a D-Optimal Design, *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 75(1): 70-78 (1997)
- 71 Sandberg, C., Nilsson, L., Nikko, A. Fibre fractionation - A Way to Improve Paper Quality, *International Mechanical Pulping Conference*, Stockholm, Sweden, p.167-171 (1997)
- 72 Wakelin, R.F., Jackman, J. K., Bawden, A.D. Changes in Mechanical Pulp Fibre Cross-Sectional Dimension Distributions Caused by Screens, Hydrocyclones and Reject Refining, *APPITA 53rd Annual Conference*, Rotorua, New Zealand, p.211-220 (1999)
- 73 Corson, S.R., Wakelin, R.F., Lloyd, M.D. TMP Furnish Development Strategies for Contrasting Fibre Types, *International Mechanical Pulping Conference*, Ottawa, Canada, p.189-195 (1995)
- 74 Ouellet, D., Beaulieu, S., Roberts, N., Rompre, A., Gooding, R. Comparison of Slotted Screen and Hydrocyclone Fractionation Systems for the Manufacture of Newsprint TMP, *International Mechanical Pulping Conference*, Quebec, Canada, p.21-32 (2003)

- 75 Karnis, A. Pulp Fractionation by Fibre Characteristics, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 79(7): 480-482, 484-486, 488 (1997)
- 76 Moller, K., Duffy, G.G., Moller, J.T., Foghmar, P. High-Consistency Pulp Fractionation with Atomizer, *Tappi Journal*, 63(9): 89-91 (1980)
- 77 Brew, M.A., Bennett, S., Schmidt, J.R. Mechanical Pulp Fractionation with a Spray Disk Filter, Canadian Patent, No.2108321, p.30 (1994)
- 78 Olgård, G. Fractionation of Fiber Suspension by Liquid Column Flow, *Tappi Journal*, 53(7): 1240-1246 (1970)
- 79 Eckert, W.F., Masliyah, J.H. and Afacan, A. Fractionation of Softwood TMP by Flotation, *Tappi Journal*, 80(5): 210-261 (1997)
- 80 Li, W. Fractionation of Softwood TMP, M. Sc. thesis, University of Alberta, 112 Pages (2002)
- 81 Eckert, W.F., Afacan, A., Masliyah, J.H. Fractionation of Softwood TMP by Continuous Flotation, *Tappi Journal*, 83(8): 1-8 (2000)
- 82 Al-Jabari, M., Weber, M.E., Van de Ven, T.G.M. Particle Elutriation from a Spouted Bed of Recycled - Pulp Fibers, *Journal of Pulp and Paper Science*, 22(7): 231-236 (1996)
- 83 Krogerus, B., Fagerholm, K. Analytical Fractionation of Pulps by Tube Flow, *Paperi Ja Puu-Paper and Timber*, 85(4): 209-213 (2003)
- 84 Green, S.I., Wong, B. Hydrodynamics of Individual Pulp Fibers, *Tappi Journal*, 4(4): 3-8 (2005)
- 85 Halonen, L., Ljokkoi, R. Improved Screening Concepts, TAPPI Pulping Conference, Atlanta, USA, p.61-66 (1989)

- 86 LeBlanc, P.E. Screening Technology and Methods, Tappi Journal, 60(10): 61-62 (1977)
- 87 Sloane, C.M. Kraft Pulp Processing - Pressure Screen Fractionation, APPITA 53rd Annual General Conference, Rotorua, New Zealand, p.221-227 (1999)
- 88 Wakelin, R.F., Corson, S.R. TMP Long Fibre Fractionation with Pressure Screens, International Mechanical Pulping Conference, Ottawa, Canada, p.257-265 (1995)
- 89 Pimley, J.J. Fractionation of Recycled Paper and Board, Appita Conference, p.795-801 (1999)
- 90 Marko, J.J., Friberg, T., Smith, J., Beck, D. Fractionation of Mixed Office Waste Part 1, Recycling Symposium, New Orleans, USA, p.389-394 (1998)
- 91 Hautala J., Hourula I., Jussila T., Pitkänen M. Screening and Cleaning, Mechanical Pulping, Sundholm J. (Book editor), Gullichsen J., Paulapuro H. (Series editor), Papermaking Science and Technology 5, Fapet Oy, Helsinki, p. 251-287 (1999)
- 92 Yu, C.J., DeFoe, R.J. Fundamental study of screening hydraulics, Part 1: Flow Patterns at the Feed-Side Surface of Screen Baskets; Mechanism of Fiber-Mat Formation and Remixing, Tappi Journal, 77(9): 119-124 (1994)
- 93 Ämmälä, A., Dahl O., Kuopanportti, H., Niinimäki, J. The Role of a Feed Chamber in an Axially Fed Pressure Screen, Paperi ja Puu-Paper and Timber, 81(3): 210-215 (1999)
- 94 Niinimäki, J., Dahl, O., Hautala, J., Tirri, T., Kuopanportti, H. Effect of Operating Parameters and Rotor body Shape on Flow Conditions and the Performance of Pressure Screen, TAPPI Pulping Conference, p.761-766 (1996)

- 95 Wakelin, R.F, Blackwell, B., Corson, S. Influence of Equipment and Process Variables on Mechanical Pulp Fractionation in Pressure Screens, APPITA 48th Annual General Conference, Melbourne, Australia, p.611-621 (1994)
- 96 Braaten, K.R., Wakelin, R.F. Fiber length Fractionation of TMP Using Pressure Screens, Tappi Journal, 82(6): 129-135 (1999)
- 97 Jokinen, H., Ämmälä, A., Niinimäki, J., Virtanen, J.A., Lindroos, K. Effect of Bar Geometry on Screen Plate Performance - A Laboratory Study on Pressure Screening, Nordic Pulp & Paper Research Journal, 21(4): 451-459 (2006)
- 98 Repo, K., Sundholm, J. the Effect of Rotor Speed on the Separation of Coarse Fibres in Pressure Screening with Narrow Slots, Pulp & paper Canada, 97(7): 67-71 (1996)
- 99 Wakelin, R.F., Paul, S.T. Effects of some Process Variables on Screen Fractionator Performance, Appita Journal, 54(4): 357-363 (2001)
- 100 Niinimäki, J., Dahl, O., Hautala, J., Kuopanportti, H. Effect of the Pressure Difference over the Screen Basket on the Performance of a Pressure Screen, Tappi Journal, 82(4): 176-180 (1999)
- 101 Kubat, J., Steenberg, B. Screening at Low Particle Concentrations, Svensk Papperstidning, 58(9): 319-324 (1955)
- 102 Hooper, A.W. A Comparison of Slots and Holes in the Screening of Mechanical Pulp, CPPA 73rd Annual Meeting of Technical Section, Montreal, Canada, p.57-65 (1987)
- 103 Paul, S.T., Duffy, G.G., Chen, X.D. Viscosity Control as a New Way to Improve Pressure Screen Performance, Tappi Journal, 83(9): 61-77 (2000)

- 104 Jokinen, H., Karjalainen, M., Niinimäki, J., Ämmälä, A. Effect of Furnish Quality on Pressure Screen Performance, *Appita Journal*, 60(1): 35-40 (2007)
- 105 Olson, J.A, Roberts, N., Allison, B., Gooding, R. Fibre Length Fractionation Caused by Pulp Screening, *Journal of Pulp and Paper Science*, 24(12): 393-397 (1998)
- 106 Ämmälä, A., Rautjärvi, H., Niinimäki, J. Effect of Entrained Air on the Performance of a Pressure Screen, *Tappi Journal*, 83(10): 62-76 (2000)
- 107 Ferluc, A. Raffinage Optimal des Pâtes Thermomécaniques par Fractionnement, Doctoral Thesis, Université du Québec à Trois-Rivières, 328 pages (2008)
- 108 Ämmälä, A. Fractionation of Thermomechanical Pulp in Pressure Screening, Doctoral thesis, University of Oulu, 107 Pages (2001)
- 109 Jones, E.D., Campbell, R.T., Nelson, G.G. Springwood-summerwood Separation of Southern Pine Pulp to Improve Paper Qualities, *Tappi Journal* 49(9): 410-414 (1966)
- 110 Paavilainen, L. the Possibility of Fractionating Softwood Sulfate Pulp according to Cell Wall Thickness, *Appita Journal*, 45(5): 319-26 (1992)
- 111 Kure, K.A., Dahlgvist, G., Ekstrom, J., Helle, T. Hydrocyclone Separation, and Reject Refining, of Thick-Walled Mechanical Pulp Fibres, *Nordic Pulp & Paper Research Journal*, 14(2): 100-104 (1999)
- 112 Wood, J.R., Karnis, A. Distribution of Fibre Specific Surface of Papermaking Pulps, *Pulp & Paper Canada*, 80(4): 73-78 (1979)
- 113 Wood, J.R., Grondin, M., Karnis, A. Characterization of Mechanical Pulp Fines with a Small Hydrocyclone. Part I: The Principle and Nature of Separation, *Journal of Pulp and Paper Science*, 17(1): J1-J5 (1991)

- 114 Park, S., Venditti, R.A., Jameel, H., Pawlak, J.J. The Effect of Fibre Properties on Fibre Fractionation Using a Hydrocyclone, *Journal of Pulp and Paper Science* 31(3): 132-137 (2005)
- 115 Rehmat, T., Branion, R. Fibre Fractionation in Hydrocyclones, PAPTAC 81st Annual Meeting, Montreal, Canada, p.105-125 (1995)
- 116 Statie, E., Salcudean, M., Gartshore, I., Bibeau, E.A. Computational Study of Particulate Separation in Hydrocyclones, *Journal of Pulp and Paper Science*, 28(3): 84-92 (2002)
- 117 Statie, E.C., Salcudean, M.E., Gartshore, I.S. the Influence of Hydrocyclone Geometry on Separation and Fiber Classification, *Filtration & Separation*, 38(6): 36-41 (2001)
- 118 Li, M., Johnston, R., Xu, L., Filonenko, Y., Parker, I. Characterization of Hydrocyclone - Separated Eucalypt Fiber Fractions, *Journal of Pulp and Paper Science*, 25(8): 299-304 (1999)
- 119 Wang, Z., Dong, S., Gartshore, I., Salcudean, M. Fiber Separation in Hydrocyclones, TAPPI Fall Technical Conference and Trade Fair, San Diego, USA, p.1196-1202 (2002)
- 120 Gooding, R. W. Flow Resistance of Screen Plates Apertures, Doctoral thesis, University of British Columbia, 227 Pages (1996)
- 121 Olson, J.A., Wherrett G. A Model of Fibre Fractionation by Slotted Screen Apertures, *Journal of Pulp and Paper Science*, 24(12): 398-403 (1998)
- 122 Bliss, T. Models can Predict Centrifugal Cleaner Fractionation Trends, *Pulp & Paper Journal*, 61(5): 131-135 (1987)

- 123 Kohrs, M., Selder, H. Fractionation Technology, Part 1. Applications for Fractionation Technology, PITA Annual Conference-Environment, Leatherhead, UK, p.43 (1991)
- 124 Mohlin, U.B. Fibre Bonding Ability - a Key Pulp Quality Parameter for Mechanical Pulps to be used in Printing Papers, International Mechanical Pulping Conference, p. 49-57 (1989)
- 125 Ferluc, A., Lanouette, R., Bousquet, J.P., Bussi res, S. Optimization of TMP Process and Pulp Quality by Means of Primary Pulp Fractionation, PAPTAC 94th Annual Meeting, Montreal, Canada, p.B489-B496 (2008)
- 126 Zha, Q., Lanouette, R., Law, K.N., Bousquet, J.P., Bussi res, S. Refining of Long Fibre Fractions after Fractionation, PAPTAC 94th Annual Meeting, Montreal, Canada, p.B481-B487 (2008)
- 127 Corson, S.R., Lee, M.J. Radiata Pine TMP Requires Effective Long Fibre Enhancement for Good Printability, Appita Journal, 43(4): 227-282 (1990)
- 128 Corson, S.R., Wakelin, R.F., Lloyd, M.D. TMP Furnish Development Strategies, Part I: Fractionation and Long Fiber refining, Pulp & Paper Canada, 97(12): 129-132 (1996)
- 129 Corson, S.R., Wakelin, R.F., Lloyd, M.D. The furnish development strategies, Part II: Sheet properties, Pulp & Paper Canada, 98(1): 41-44 (1997)
- 130 Koskenh ly, K., Paulapuro, H.,  mm l , A., Jokinen, H. Effect of Refining Intensity on Pressure Screen Fractionated Softwood Kraft, Nordic Pulp & Paper Research Journal, 20(2):169-175 (2005)
- 131 Nazhad, M.M., Sodtivarakul, S. OCC Pulp Fractionation-a Comparative Study of Fractionated and Unfractionated Stock, Tappi Journal, 3(1): 15-32 (2004)

- 132 Vomhoff, H., Grundström, K.J. Fractionation of a Bleached Softwood Pulp and Separate Refining of the Earlywood- and Latewood-enriched Fractions, *Das Papier*, 57(2): 37-41(2003)
- 133 Laine, C., Wang, X.S., Tenkanen, M., Varhimo, A. Changes in the Fiber Wall during Refining of Bleached Pine Kraft Pulp, *Holzforschung*, 58(3): 233-240 (2004)
- 134 Duffy, G.G. Increasing Profit through Selective Fiber Treatment, APPITA 53rd Annual General Conference, Rotorua, New Zealand, p.205-209 (1999)
- 135 Allison, R.W., Graham, K.L. Peroxide Bleaching of Mechanical Pulp Fractions from Radiata Pine, *Journal of Pulp and Paper Science*, 15(4): J145-J150 (1989)
- 136 Roick, T., Schempp, W., Krause, T. Mechanical Pulp Fines: Some Causes for Their Poor Bleachability, *Das Papier*, 45(10A): V23-V26 (1991)
- 137 Haugan, M., Solberg, A.F., Gregersen, O.W. Hydrogen Peroxide Bleaching of Different TMP Fibre Fractions, *Journal of Pulp and Paper Science*, 32(4): 217-223 (2006)
- 138 Leduc, C., Daneault, C. Impact of Mechanical Pulp Fines on the Efficiency of Peroxide Bleaching of TMP Pulp, PAPTAC 92nd Annual Meeting, Montreal, Canada, p.187-191 (2006)
- 139 Haugan, M., Gregersen, O.W. Fractionating - a Way to Save Bleaching Chemicals, *Journal of Pulp and Paper Science*, 33(3): 121-124 (2007)
- 140 Eul, W., Suess, H.U., Helmling, O. Fiber Fractionation and Post-Treatment of Deinked Pulp, *Pulp & Paper Canada*, 90(10): 95-101 (1989)
- 141 Lapierre, L., Pitre, D., Bouchard, J. Bleaching of De-inked Recycled Pulp: Benefits of Fiber Fractionation, *Pulp & Paper Canada*, 102(2): 35-38 (2001)

- 142 Pannula-Ontto, S., Fuhrmann, A., Robertsen, L. Effect of Cell-Wall Thickness and Fines on Bleaching, TAPPI International Pulp Bleaching Conference, Portland, USA, p.161-169 (2002)
- 143 Brännvall, E., Tormund, D., Bäckström, M., Bergström, J., Tubek-Lindblom, A., Olm, L. Separate Bleaching of Pulp Fractions Enriched in Earlywood and Latewood Fibers, *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 27(2): 99-112 (2007)
- 144 Mansfield, S.D., Wong, K.K.Y., de Jong, E., Saddler, J.N. Modification of Douglas Fir Mechanical and Kraft Pulps by Enzyme Treatment, *Tappi Journal*, 79(8): 125-132 (1996)
- 145 Kibblewhite, R.P., Clark, T.A. Enzymatic Modification of Radiata Pine Kraft Fiber and Handsheet Properties, *Appita Journal*, 49(6): 390-396 (1996)
- 146 Mansfield, S.D., Dickson, A.R., Saddler, J.N., Rotorua, N.Z. Improving Paper Properties by a Selective Enzymatic Treatment of Coarse Pulp Fibers, 7th International Conference on Biotechnology in the Pulp and Paper Industry, Vancouver, Canada, p.189-192 (1998)
- 147 Mansfield, S.D., Saddler, J.N. Sheet Properties of Douglas Fir Kraft Pulp after Selective Pretreatments of Different Fiber Length Fractions with Cellulases, *Journal of Pulp and Paper Science*, 25(3): 84-89 (1999)
- 148 Mansfield, S.D., Swanson, D.J., Roberts, N., Olson, J.A., Saddler, J.N. Enhancing Douglas Fir Pulp Properties with a Combination of Enzyme Treatments and Fiber Fractionation, *Tappi Journal*, 82(5): 152-158 (1999)
- 149 Vinson, K., Byrd, M., Jameel, H., Chang, H.-M., Venditti, R., Heitmann, J., Kirkman, A. Fiber Fractionation of Mixed Office Waste for Production of Value-added Products, TAPPI Pulping Conference, Seattle, USA., p.1116-1129 (2001)

- 150 Abubakr, S.M., Scott, G.M., Klungness, J.H. Fiber Fractionation as a Method of Improving Handsheet Properties after Repeated Recycling, *Tappi Journal*, 78(5): 123-126 (1995)
- 151 Mayovsky, J. Fractionation of OCC. How can it help you?, *Recycling Symposium*, New Orleans, USA. p.407-416 (1998)
- 152 Vollmer, H., Fredlund, M. Fibre Fractionation for Quality Improvement of Multiply Paper, 5th International Paper and Board Industry Conference - Scientific and Technical Advances in Refining, Vienna, Austria (1999)
- 153 Tubek-Lindblom, A., Salmén, L. Wood Containing Multi-ply Paper-Improved Properties, 7th International Conference on New Available Technologies, Stockholm, Sweden, p.169-172 (2002)
- 154 Vinson, K.D. Method for Producing a Cellulose Pulp of Selected Fiber Length and Coarseness by a Two-Stage Fractionation, Patent US5582685 (1996)
- 155 Olson, J.A., Allison, B.J., Freisen, T., Peters, C. Fibre Fractionation for High Porosity Sack Kraft, *Tappi Journal*, 84(6): 1-10 (2001)
- 156 Hoydahl, H.E., Dahlqvist, G. The Dual Demand on Fibres in SC Papers, *International Mechanical Pulping Conference*, Stockholm, Sweden, p.337-344 (1997)
- 157 Shagaev, O., Bergström, B. Advanced Process for Production of High Quality Mechanical Pulps for Value-added Grades, *International Mechanical Pulping Conference*, Oslo, Norway, p.169-179 (2005)
- 158 El-Sharkawy, K., Rousu, P., Haavisto, S., Paulapuro, H. Control of Bagasse Pulp Quality by Fractionation and Refining, *Appita Journal*, 60(5): 404-409, 415 (2007)

- 159 Saito, T., Shibata, I., Isogai, A., Suguri, N., Sumikawa, N. Distribution of Carboxylate Groups Introduced into Cotton Linters by the TEMPO-mediated Oxidation, *Carbohydrate Polymer*, 61(4): 414-419 (2005)
- 160 Calvini, P., Conio, G., Princi, E., Vicini, S., Pedemonte, E. Viscometric Determination of Dialdehyde Content in Periodate Oxycellulose. Part II. Topochemistry of Oxidation, *Cellulose*, 13(5): 571-579 (2006)
- 161 Laine, J., Stenius, P. Effect of Charge on the Fibre and Paper Properties of Bleached Industrial Kraft Pulps, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 79(4): 257-266 (1997)
- 162 Zhang, Y., Sjögren, B., Engstrand, P., Htun, M. Determination of Charged Groups in Mechanical Pulp Fibers and Their Influence on Pulp Properties, *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 14(1): 83-102 (1994)
- 163 Engstrand, P., Sjögren, B., Ölander, K., Htun, M. The Significance of Carboxylic Groups on the Physical Properties of Mechanical Fibers, *APPITA 6th International Symposium on Wood and Pulping Chemistry*, Melbourne, Australia, p.75-79 (1991)
- 164 Barzyk, D., Page, D.H., Ragauskas, A. Acidic Groups Topochemistry and Fibre-to-Fibre Specific Bond Strength, *Journal of Pulp and Paper Science*, 23(2): J59-J61 (1997)
- 165 Katz, S., Liebergott, N., Scallan, A. M. a Mechanism for the Alkali Strengthening of Mechanical Pulps, *Tappi Journal*, 64(7): 97-100 (1981)
- 166 Holmbom, B., Pranovich, A.V. Fiber Chemistry of Alkaline Treatment and Peroxide Bleaching of Mechanical Pulp, *Advances in Lignocellulosics Chemistry for Ecologically Friendly Pulping and Bleaching Technologies*, 5th European Workshop on Lignocellulosics and Pulp, Aveiro, Portugal, p.559-562 (1998)

- 167 Pranovich, A.V., Sundberg, K.E., Holmbom, B.R. Chemical Changes in Thermomechanical Pulp at Alkaline Conditions, *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 23(1): 89-112 (2003)
- 168 Konn, J., Pranovich, A., Fardim, P., Holmbom, B. Characterisation and Effects of New Anionic Groups Formed during Chemithermomechanical Pulping of Spruce, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 296(1-3): 1-7 (2007)
- 169 Korpela, A. Improving the Strength of PGW Pine Pulp by Alkaline Peroxide Treatment, *Nordic Pulp & Paper Research Journal*, 17(2): 183-186 (2002)
- 170 Han, Y., Law, K.N., Lanouette, R. Modification of Jack Pine TMP Long Fibres by Alkaline Peroxide. II. Physical and Optical Characteristics, *Cellulose Chemistry and Technology*, 42(1-3): 37-43 (2008)
- 171 Bian, Y.Z., Ni, Y.H., Yuan, Z.R., Heitner, C., Beaulieu, S. Improving TMP Rejects Refining through Alkaline Peroxide Pretreatment for Value-added Mechanical Papers, *Tappi Journal*, 6(3): 24-32 (2007)
- 172 Strunk, W.G., Sferrazza, M.J., Pourciau, J. Treating Groundwood Screen Rejects with Alkaline Peroxide ups Pulp Value, *Pulp and Paper*, 63 (11): 99-105 (1989)
- 173 Strunk, W.G., Sferrazza, M.J., Pourciau, J. High Alkalinity Peroxide Treatment of Groundwood Screen Rejects, *CPPA 76th Annual Meeting of Technical Section*, Montreal, Canada, p.71-79 (1990)
- 174 Sferrazza, M.J., Strunk, W.G., McConnell, J.P., Hills, W.A., Klein, R.J. Alkaline Peroxide Treatment of Southern Pine TMP Rejects, *TAPPI Pulping Conference*, New Orleans, USA, p.617-629 (1988)

- 175 Harris, G., Hentges, R. Commercial Status the Sulphonated Long Fibre (SLF) Process, International Mechanical Pulping Conference, Helsinki, Finland, p.169-181 (1989)
- 176 Beatson, R.P., Bichard, W., Muradali, N. The Internal Bond Strength of Sulfite Treated TMP, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 70(1): 66-72 (1988)
- 177 Franzen, R., Li, K. Upgrading Thermomechanical Pulp by Selective Long Fiber Treatment, *Appita Journal*, 38(3): 195-204 (1985)
- 178 Viljakainen, E., Forsstrom, U., Koponen, R., Strand, E., Lönnberg, B., Winberg, K. Improving Thermomechanical Pulp Properties by Reject Sulfonation. Part I. *Appita Journal*, 41(6): 462-466 (1988)
- 179 Barbe, M.C., MacDonald, J.E., Cortez, L. Rejects Sulfonation, *Journal of Pulp and Paper Science*, 14(2): J28-J36 (1988)
- 180 Jensen, A.A.C., Richardson, J.D. Sulfonation of SGW and RMP Rejects from Radiata Pine, *Appita Journal*, 39(2): 121-128 (1986)
- 181 Gummerus, M. Possibilities of Upgrading TMP by Sulphite Treatment of the Screen Rejects, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 65(4): 216,218,220-223 (1983)
- 182 Gummerus, M. Sulfite Treatment of TMP Rejects. Part 1. Properties of Fiber Fractions at Various Freeness Levels and Their Influence on the Reject pulp, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 67(11): 635-642, 645-647 (1985)
- 183 Gummerus, M., Rath, B. Sulfite Treatment of TMP Rejects. Part 2. Effect of Different Treatment Conditions and Refining on the Properties of Reject Pulps, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 68(4): 269, 271-272, 274, 276-279, 281-282 (1986)

- 184 Gummerus, M. Sulfite treatment of TMP rejects. Part 3. Properties of Remixed Pulps, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 68(8): 534-44 (1986)
- 185 Gummerus, Ma., Kurra, S., Lindholm, C.A., Virkola, N.E. High and Low Sulfite Doses in Pre- and Reject Treatment of Mechanical Pulp, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 67(4): 227, 229-230, 233-235, 237 (1985)
- 186 Winberg, K., Lönnberg, B., Viljakainen, E., Koponen, R. Sulphonation of TMP Screen Rejects for Wood Containing Printing Papers, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 72(4): 403-411 (1990)
- 187 Östenson, M., Gatenholm, P. Improvement of the Wetting and Absorption Properties of Lignocellulosic Fibers by Means of Gas Phase Ozonation, *Langmuir*, 21(1): 160-165 (2005)
- 188 Soteland, N. the Effect of Ozone on Mechanical Pulps, *Pulp & Paper Canada*, 78(7): 45-48 (1977)
- 189 Lindholm, C.A. Ozone Treatment of Mechanical Pulp. Part II. Influence on Strength Properties, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 59(2): 47-50, 53-58, 60, 62 (1977)
- 190 De Choudens, C., Lombardo, G., Monzie, P. Thermomechanical Pulps - Treatment with Ozone, *Revue A.T.I.P.*, 32(9): 350-359 (1978)
- 191 Lindholm, C.A. Ozone Treatment of Mechanical Pulp. Part III. Influence on Optical Properties, *Paperi ja Puu-Paper and Timber*, 59(4a): 217-218, 221-222, 223-224, 225-232 (1977)
- 192 Petit-Conil, M. Use of Ozone in Mechanical Pulping Processes, *Revue A.T.I.P.*, 57(2):17-26 (2003)

- 193 Chang, H.M. Peracids as a Bleaching Agent: Basics, Proceeding, Emerging Pulping and Bleaching Technology Workshop, Durham, NC, USA, p.15-17 (1995).
- 194 Beatson, R.P., Heiter, C., Attack, D. Factors Affecting the Sulphonation of Spruce, *Journal of Pulp Paper Science*, 10(1): J12-J17 (1984)
- 195 He, Z., Ni, Y., Eric, Z. Further Understanding of Sodium Borohydride Assisted Peroxide Bleaching of Mechanical Pulps (the PR process), *Appita Journal*, 58(1): 72-76 (2005)
- 196 Katz, S., Beatson, R.P., Scallan, A.M. the Determination of Strong and Weak Acidic Groups in Sulphite Pulps, *Svensk Papperstidning*, 87(6): 48-53 (1984).
- 197 Sjöström, E. the Origin of Charge on Cellulosic Fibres, *Nordic Pulp & Paper Research Journal*, 4(2): 90-93 (1989)
- 198 Scallan, A.M. the Effect of Acidic Groups on the Swelling of Pulps: A review, *Tappi Journal*, 66(11): 73-75 (1983).
- 199 Barzyk, D., Page, D.H., Ragauskas, A. Carboxylic Acid Groups and Fibre Bonding, the Fundamentals of Papermaking Materials, Trans. 11th Fundamental Research Symposium, Cambridge, UK, Vol. 2, p.893-907 (1997)
- 200 Bhardwaja, N.K., Hoanga, V., Nguyen, K.L. Effect of Refining on Pulp Surface Charge Accessible to Poly-DADMAC and FT-IR Characteristic Bands of High Yield Kraft Fibres, *Bioresource Technology*, 98(4): 962-966 (2007)
- 201 Kohrs, M., Selder, H. Fractionation Technology, Part 1. Applications for Fractionation Technology, Proceedings of PITA Annual Conference Environment, Manchester, UK, p.43 (1991)

- 202 Lin, Y., Lanouette, R. Development of Jack Pine Fibres during Selective Refining of Long Fibre Fraction after Various Chemical Treatments, *Journal of Pulp and Paper Science*, 36(1-2): 62-68 (2010)
- 203 Shallhorn, P.M. Fracture Resistance Theory and Experiment, *Journal of Pulp Paper Science*, 20(4): 119-124 (1994)
- 204 Seth, R.S. Zero-Span Tensile Strength of Papermaking Fibres, *Paperi ja puu-Paper and Timber*, 83(8): 597-604 (2001)
- 205 Hirashima, H., Sumimoto, M. A Basic Chromophore and Leucochromophore in Mechanical Pulps: Possible Repetition of Photo-chemical Reduction-Oxidation-Reduction, *Tappi Journal*, 77(1): 146-154 (1994)
- 206 Zha, Q., Ferluc, A., Lanouette, R., Law, K.N., Bousquet, J.P., Bussière, S. Selective Refining of TMP Long Fibre Fraction, *International Mechanical Pulping Conference, Sundsvall, Sweden*, p.132-136 (2009)
- 207 Lanouette, R., Thibault, J., Valade, J.L. High-yield Pulping of Jack Pine, *Tappi Journal*, 81(10): 143-149 (1998)
- 208 Lanouette, R., Thibault, J., Valade, J.L. Process Modeling with Neural Networks Using Small Experimental Datasets, *Computers & Chemical Engineering*, 23(9): 1167-1176 (1999)
- 209 Lai, Y.Z., Iwamida, T. Effects of Chemical Treatments on Ultra-High-Yield Pulping. I: Fibre Separation, *Wood Science and Technology*, 27(3): 195-203 (1993)
- 210 Johansson, L., Peng, F., Simonson, R. Mechanical Fibre Separation under Torsional Stress, *Wood Science and Technology*, 33(1): 43-54 (1999)

- 211 Sall, J., Creighton, L., Lehman, A. JMP® Start Statistics: A Guide to Statistics and Data Analysis Using JMP®, Fourth Edition. Cary, NC (2007)
- 212 Lin, Y., Lanouette, R. Selective Refining of Long Fiber Fraction of Jack pine after Various Chemical Treatments, 7th International Seminar on Fundamental Mechanical Pulping Research, Nanjing, China, pp.61-69 (2010)
- 213 Lin, Y., Lanouette, R. Optimization of Selective Refining of Sulfonated Long Fibres from Jack Pine: Refining Energy and Pulp Properties, PAPTAC Annual Meeting, Montreal, Canada, p.12-17 (2011)
- 214 Marton, R., Robie, J.D. Characterization of Mechanical Pulps by a Settling Technique, Tappi Journal, 52(12): 2400-2406 (1969)
- 215 Law, K.N., Zhou, W.X., Valade, J.L. Chemimechanical Pulping of Aspen-Effect of High Temperatures, Journal of Pulp and Paper Science, 16(6): J184-J189 (1990)
- 216 Sundholm, J. Papermaking Science and Technology, Chapter 4: Fundamentals of mechanical pulping, Gummerus Printing, Jyväskylä, Finland (2009)
- 217 Luukko, K., Paulapuro, H. Mechanical Pulp Fines: Effect of Particle Size and Shape, Tappi Journal, 82(2): 95-101(1999)
- 218 Kaw, K.N., Lanouette, R. a Perspective on Expanded Use of Secondary Species in Mechanical Pulping, Pulp and Paper Canada, 110(4): 38-43 (2009)
- 219 Lin, Y., Lanouette, R. Optimization of Selective Refining of Sulfonated Long Fibres from Jack Pine: Fibre Characteristics, International Mechanical Pulping Conference, Xi'an, China, p.62-67 (2011)
- 220 Dorris, G.M., Gray, D.G. the Surface Analysis of Paper and Wood Fibres by ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis). I. Application to Cellulose and Lignin, Cellulose Chemistry and Technology, 12(1): 9-23 (1978a)

- 221 Hultén, A.H., Basta, J., Larsson, P. and Ernstsson, M. Comparison of Different XPS Methods for Fibre Surface Analysis, *Holzforschung* 60(1): 14-19 (2006)
- 222 Hatton, J.V., Johal, S.S. Mechanical Pulping of Commercial Thinnings of Six Softwoods from New Brunswick, *Pulp and Paper Canada*, 97(12): 93-97 (1996)
- 223 Miles, K.B., Karnis, A. The Refining Characteristics of Chemimechanical Pulps, *Tappi Journal*, 76(9): 181-183 (1993)
- 224 Pan, X. Pulp Yield Loss in Alkaline Peroxide Bleaching of Aspen CTMP. Part 1: Estimation and Impacts, *Tappi Journal*, 2(9): 27-32 (2003)
- 225 Lai, Y.Z., Iwamida, T. Effects of Chemical Treatment on Ultra-High-Yield Pulping. II. Fibre Properties of Norway Spruce Chemimechanical Pulps, *Cellulose Chemistry and Technology*, 26(3): 333-344(1992)
- 226 Wang, X.S., Maloney, T.C. , Paulapuro, H. Fibre Fibrillation and its Impact on Sheet Properties, *Paperi Ja Puu-Paper and Timber*, 89(3): 148-151 (2007)
- 227 Page, D.H. a Note on the Mechanism of Tearing Strength, *Tappi Journal*, 77(3): 201-203 (1994)
- 228 Retulainen, E. Fibre Properties as Control Variables in Papermaking. Part 1. Fibre Properties of Key Importance in the Network, *Paperi Ja Puu-Paper and Timber*, 79(4): 187-194 (1996)
- 229 Cowan, W.F. Explaining Handsheet Tensile and Tear in Terms of Fiber-Quality Numbers, *Tappi Journal*, 78(1): 101-106 (1995)
- 230 Börås, L., Gatenholm, P. Surface Properties of Mechanical Pulps Prepared under Various Sulfonation Conditions and Preheating Time, *Holzforschung*, 53(4): 429-434(1999)

- 231 Koljonen, K., Österberg, M., Johansson, L.S., Stenius, P. Surface Chemistry and Morphology of Different Mechanical Pulps Determined by ESCA and AFM, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineer Aspects*, 228(1-3): 143-158 (2003)
- 232 Laine, J., Stenius, P., Carlsson, G., Ström, G. Surface Characterization of Unbleached Kraft Pulps by Means of ESCA, *Cellulose*, 1(2): 145-160 (1994)
- 233 Simola, J., Malkavaara, P., Alén, R., Peltonen, J. Scanning Probe Microscopy of Pine and Birch Kraft Pulp Fibres, *Polymer*, 41(6): 2121-2126 (2000)
- 234 Li, K., Tan, X., Yan, D. the Middle Lamella Reminders on the Surface of Various Mechanical Pulp Fibres, *Surface and Interface Analysis*, 38(10): 1328-1335 (2006)
- 235 Cisneros, H.A., Williams, G.J., Hatton, J.V. Fibre surface Characteristics of Hardwood Refiner Pulps, *Journal of Pulp and Paper Science*, 21(5): J178-J184 (1995)
- 236 Li, K., Reeve, D.E. Determination of Surface Lignin of Wood Pulp Fibres by X-ray Photoelectron Spectroscopy, *Cellulose Chemistry and Technology*, 38(3-4): 197-210 (2004)
- 237 Koljonen, K., Österberg, M., Kleen, M. Precipitation of Lignin and Extractives on Kraft Pulp: Effect on Surface Chemistry, Surface Morphology and Paper Strength, *Cellulose*, 11(2): 209-224 (2004)
- 238 Shao, Z., Li, K. the Effect of Fibre Lignin on Inter-Fiber Bonding, *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 26(3): 231-244 (2006)
- 239 Luukko, K., Laine, J., Père, J. Chemical Characterization of Different Mechanical Pulp Fines, *Appita Journal*, 52(2): 126-131 (1999)

Annexe A - Résultats expérimentaux – Essais préliminaires

Tableau A.1 Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif sans traitement chimique

Propriétés		Unités	R-4	R-6	R-7	R-9	
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	12,81	13,62	13,84	14,33	
Indice d'égouttage CSF		mL	209	176	137	97	
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,61	0,5	0,45	0,33	
Bauer McNett	R14	%	11,5	10,8	10,3	8,5	
	R28	%	35,2	34,4	34,3	33,1	
	R48	%	19,3	19	19,1	19,9	
	R100	%	11,3	11	11,4	12,2	
	R200	%	5,2	5,2	5,8	6,6	
	P200	%	17,5	19,6	19,1	19,7	
Longueur de fibre	L _a	mm	0,85	0,857	0,808	0,774	
	L _w		1,869	1,835	1,757	1,692	
	L _{ww}		0,85	0,857	0,808	0,774	
Masse linéique	R14	mg/m	0,361	0,346	0,34	0,334	
	R28		0,279	0,274	0,259	0,255	
	R48		0,223	0,214	0,21	0,2	
Épaisseur de paroi	R14	µm	4,5	4,45	4,37	4,27	
	R28		4,35	4,23	4,12	3,97	
	R48		4,04	3,97	3,92	3,86	
Valeur de rétention d'eau		%	175	182	188	195	
Propriétés physiques	Volume spécifique		cm³/g	3,346	3,27	3,122	2,978
	Indice de rupture		N·m/g	38,13	40,02	42,18	48,42
	Allongement à la rupture		%	1,854	1,986	1,999	2,195
	Absorption d'énergie		J/m²	28,27	31,77	33,76	42,4
	Indice d'éclatement		kPa·m²/g	2,19	2,46	2,54	2,73
	Indice de déchirure		mN·m²/g	9,96	10,41	10,33	9,6
Propriétés optiques	Blancheur		%	47	47,3	47,6	47,9
	Opacité		%	95	95,3	95,6	95,9
	Coeff. de diffusion S		m²/kg	44,9	46	46,9	48,5
	Coeff. d'absorption K		m²/kg	4,7	4,85	4,83	5,05
	CIELAB	L	%	83,7	83,7	83,8	83,8
		a*	%	0,97	0,9	0,86	0,82
		b*	%	17,02	16,8	16,53	16,16

Tableau A.2 Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sur la pâte entière sans traitement chimique

Propriétés		Unités	PG-4	PG-6	PG-8	PG-10
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	11,33	13,06	14,16	16,43
Indice d'égouttage CSF		mL	214	150	111	75
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,68	0,42	0,37	0,29
Bauer McNett	R14	%	11,5	10,8	10,3	8,5
	R28	%	35,2	34,4	34,3	33,1
	R48	%	19,3	19	19,1	19,9
	R100	%	11,3	11	11,4	12,2
	R200	%	5,2	5,2	5,8	6,6
	P200	%	17,5	19,6	19,1	19,7
Longueur de fibre	L _a	mm	0,729	0,702	0,701	0,67
	L _w		1,838	1,765	1,748	1,707
	L _{ww}		2,584	2,482	2,472	2,464
Masse linéique	R14	mg/m	0,389	0,376	0,343	0,341
	R28		0,299	0,284	0,277	0,269
	R48		0,229	0,225	0,222	0,202
Épaisseur de paroi	R14	µm	4,63	4,54	4,49	4,45
	R28		4,38	4,29	4,24	4,22
	R48		4,06	3,97	3,94	3,89
Valeur de rétention d'eau		%	184	192	194	200
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,673	3,342	3,18	2,937
	Indice de rupture	N·m/g	30,8	34,6	34,97	38,95
	Allongement à la rupture	%	1,641	1,784	1,69	1,904
	Absorption d'énergie	J/m ²	20,58	24,66	23,4	19,88
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	1,67	2	2,16	2,48
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	9,42	10,28	9,46	9,43
Propriétés optiques	Blancheur	%	46,9	47,5	47,8	47,9
	Opacité	%	96,5	97	97,2	97,6
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	49,4	53,2	54,4	56,4
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	5,24	5,45	5,6	5,93
	CIELAB	L	%	83,6	83,9	83,6
		a [*]	%	0,73	0,73	0,62
		b [*]	%	16,93	16,74	16,41

Tableau A.3 Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif avec traitement au borohydrure de sodium

Propriétés		Unités	N-5	N-7	N-8	N-9
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	13,64	13,37	13,93	15,18
Indice d'égouttage CSF		mL	221	142	109	84
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,38	0,28	0,24	0,22
Bauer McNett	R14	%	18	16,3	14,6	14,3
	R28	%	33,1	32,9	32,5	31,6
	R48	%	17	17,5	17,4	17,2
	R100	%	9,6	10,3	10,4	10,7
	R200	%	4,4	5,6	6	6,3
	P200	%	17,9	17,4	19,1	19,9
Longueur de fibre	L _a	mm	0,881	0,891	0,839	0,849
	L _w		1,927	1,901	1,855	1,841
	L _{ww}		2,503	2,597	2,515	2,506
Masse linéique	R14	mg/m	0,315	0,31	0,304	0,3
	R28		0,245	0,239	0,238	0,236
	R48		0,203	0,2	0,192	0,188
Épaisseur de paroi	R14	µm	4,47	4,36	4,29	4,23
	R28		4,24	4,01	3,88	3,79
	R48		4,04	3,64	3,74	3,61
Valeur de rétention d'eau		%	187	193	200	202
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	2,897	2,721	2,651	2,544
	Indice de rupture	N·m/g	44,28	47,6	49,82	52,86
	Allongement à la rupture	%	1,889	1,88	2,016	2,016
	Absorption d'énergie	J/m ²	33,48	25,6	40,93	43,1
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,7	3,12	3,25	3,39
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	10,54	9,81	10,06	8,89
Propriétés optiques	Blancheur	%	48,2	48,6	48,9	48,7
	Opacité	%	95,4	95,5	95,5	95,6
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	42,5	43	42,8	42,6
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	5,37	5,33	5,29	5,42
	CIELAB	L	%	82,1	82,3	82,4
		a*	%	1,63	1,58	1,59
		b*	%	12,91	12,75	12,56

Tableau A.4 Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif avec traitement au peroxyde alcalin

Propriétés		Unités	H-7	H-8	H-9	H-10
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	13,31	13,17	14,6	15,39
Indice d'égouttage CSF		mL	219	192	123	93
Rejets Pulmac (0,004'')		%	0,43	0,39	0,27	0,24
Bauer McNett	R14	%	21,8	22,1	19,6	17,9
	R28	%	33,5	33	33,1	32,7
	R48	%	17	16,7	16,3	16,5
	R100	%	9,6	9,7	9,7	10
	R200	%	4,8	5	5,2	5,9
	P200	%	13,3	13,5	16,1	17
Longueur de fibre	L _a	mm	0,96	0,908	0,906	0,858
	L _w		2,01	1,955	1,946	1,886
	L _{ww}		2,656	2,616	2,625	2,567
Masse linéique	R14	mg/m	0,327	0,323	0,308	0,297
	R28		0,259	0,251	0,231	0,228
	R48		0,203	0,202	0,195	0,19
Épaisseur de paroi	R14	μm	4,45	4,36	4,34	4,24
	R28		4,24	4,08	4,03	4,01
	R48		4,02	3,96	3,81	3,81
Valeur de rétention d'eau		%	203	205	214	216
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	2,86	2,776	2,693	2,568
	Indice de rupture	N·m/g	47,61	46,62	50,47	52,9
	Allongement à la rupture	%	1,981	1,873	1,896	2,012
	Absorption d'énergie	J/m ²	37,46	33,98	37,77	42,25
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,79	2,97	3,48	3,56
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	10,31	10,42	9,77	9,54
Propriétés optiques	Blancheur	%	63,7	63,3	63,9	63,5
	Opacité	%	84,6	85,1	85,5	86,2
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	40,7	40,9	41,3	41,9
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	1,03	1,19	1,17	1,16
	CIELAB	L	%	91,4	91,2	91,4
		a*	%	-2,26	-2,12	-2,25
		b*	%	13,92	13,99	13,73

Tableau A.5 Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif avec traitement au sulfite de sodium

Propriétés		Unités	S-4	S-6	S-8	S-9
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	12,43	12,34	13,35	13,8
Indice d'égouttage CSF		mL	217	143	106	89
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,35	0,3	0,24	0,16
Bauer McNett	R14	%	23,5	21,3	18,2	16,6
	R28	%	33	32,1	32,1	32,6
	R48	%	16,5	16,2	16,4	17,8
	R100	%	9,4	9,7	10,1	10,9
	R200	%	4,6	5,2	5,2	5,9
	P200	%	13	15,5	18	16,2
Longueur de fibre	L _a	mm	0,952	0,931	0,866	0,854
	L _w		1,992	1,94	1,857	1,823
	L _{ww}		2,622	2,576	2,512	2,475
Masse linéique	R14	mg/m	0,323	0,318	0,307	0,3
	R28		0,262	0,246	0,242	0,24
	R48		0,213	0,207	0,198	0,194
Épaisseur de paroi	R14	μm	4,34	4,29	4,24	4,13
	R28		4,18	4,1	4,04	3,96
	R48		3,98	3,86	3,82	3,78
Valeur de rétention d'eau		%	212	225	228	234
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	2,883	2,729	2,544	2,543
	Indice de rupture	N·m/g	49,66	55,22	59,14	58,85
	Allongement à la rupture	%	1,971	2,103	2,246	2,121
	Absorption d'énergie	J/m ²	39,06	45,9	53,1	49,04
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	3,02	3,57	3,55	3,58
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	9,88	8,9	8,48	8,07
Propriétés optiques	Blancheur	%	43,6	44,1	43,1	43
	Opacité	%	94,1	94,4	93,9	94,2
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	37	38,4	36,4	37,3
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	5,16	5,38	5,23	5,42
	CIELAB	L	%	81,4	81,5	81,2
		a*	%	1,58	1,64	1,42
		b*	%	16,97	16,66	17,18

Tableau A.6 Propriétés des pâtes et papiers obtenus par un raffinage sélectif avec traitement à l'acide peracétique

Propriétés		Unités	A-6	A-8	A-9	A-11
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	14,06	14,44	15,42	15,63
Indice d'égouttage CSF		mL	176	131	109	97
Rejets Pulmac (0,004'')		%	0,51	0,36	0,28	0,22
Bauer McNett	R14	%	119,1	118,7	119,3	117,8
	R28	%	19	18,4	16,7	15,1
	R48	%	33,1	33,3	32,3	30,3
	R100	%	18	17,8	18,1	18,7
	R200	%	10,2	10,2	10,8	11,3
	P200	%	5,1	5,3	5,8	6,1
Longueur de fibre	L _a	mm	0,867	0,832	0,816	0,81
	L _w		1,904	1,892	1,825	1,749
	L _{ww}		2,626	2,565	2,511	2,39
Masse linéique	R14	mg/m	0,348	0,33	0,313	0,298
	R28		0,259	0,248	0,243	0,24
	R48		0,212	0,206	0,204	0,201
Épaisseur de paroi	R14	μm	4,48	4,43	4,37	4,27
	R28		4,22	4,18	4,15	4,05
	R48		4,03	3,99	3,94	3,89
Valeur de rétention d'eau		%	194	201	207	211
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,046	2,893	2,996	2,76
	Indice de rupture	N·m/g	42,51	47,08	45,27	48,97
	Allongement à la rupture	%	1,904	2,004	1,901	2,089
	Absorption d'énergie	J/m ²	32,29	38,23	34,39	41,2
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,58	2,73	2,84	2,78
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	10,02	10,25	9,82	9,27
Propriétés optiques	Blancheur	%	44	44,8	44,9	44,9
	Opacité	%	95,3	95,5	95,6	95,5
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	43,3	44,7	45,4	45,2
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	5,23	5,17	5,19	5,04
	CIELAB	L	%	82,6	83	83,1
		a*	%	0,83	0,72	0,71
		b*	%	18,74	18,53	18,52

Annexe B - Résultats expérimentaux – Essais d'optimisation

Tableau B.1 Plan d'expériences pour l'optimisation

Série	pH	Temps de traitement (min)	Dosage de sulfite de sodium (%)
2	11	17	2
3	11	17	6
4	11	31	4
5	11	17	4
6	7	17	4
7	7	3	6
8	7	31	2
9	7	17	4
10	11	3	4
11	7	31	6
12	7	3	2

Tableau B.2 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 1)

Propriétés		Unités	2-5	2-6	2-7	2-8
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,58	11,47	12,6	13,32
Indice d'égouttage CSF		mL	202	177	115	89
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,18	0,13	0,07	0,05
Bauer McNett	R14	%	9,6	8,1	7,3	6,1
	R28	%	31,9	30,9	30,3	29,4
	R48	%	22,6	22,1	22,3	22,8
	R100	%	15	14,6	15,1	15,5
	R200	%	6,4	6,3	6,8	7,3
	P200	%	14,5	18	18,2	18,9
Longueur de fibre	L _a	mm	0,77	0,74	0,73	0,71
	L _w		1,66	1,61	1,59	1,55
	L _{ww}		2,33	2,29	2,26	2,21
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,252	0,246	0,242	0,239
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,8	3,74	3,69	3,58
Groupement sulfonique		mmol/kg	29,8			
Groupement carboxylique		mmol/kg	91,95			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,27	3,22	3,04	2,8
	Indice de rupture	N·m/g	36,7	37,7	45,5	47
	Allongement à la rupture	%	1,77	1,74	2,06	1,99
	Absorption d'énergie	J/m ²	26,4	26	38,2	38,1
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,03	2,21	2,55	2,7
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	8,71	8,95	8,97	8,24
Propriétés optiques	Blancheur	%	45,9	46,1	46,5	46,6
	Opacité	%	95,4	95,5	95,8	96,1
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	43,6	44,4	46,1	46,7
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	5,14	5,18	5,17	5,28
	CIELAB	L	%	82,8	83	83,1
		a [*]	%	1,01	0,94	0,99
		b [*]	%	16,8	16,79	16,65

Tableau B.3 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 2)

Propriétés		Unités	3-6	3-8	3-9	3-10
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,71	11,62	12,24	12,34
Indice d'égouttage CSF		mL	188	142	122	88
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,24	0,18	0,16	0,08
Bauer McNett	R14	%	10,8	10,5	8,5	7,7
	R28	%	31,4	30,7	30,3	29,8
	R48	%	21,4	21,1	21,6	21,6
	R100	%	14,3	14,3	14,8	15,2
	R200	%	6	6,2	6,7	7,2
	P200	%	16,1	17,2	18,1	18,5
Longueur de fibre	L _a	mm	0,78	0,78	0,75	0,74
	L _w		1,68	1,68	1,61	1,59
	L _{ww}		2,36	2,36	2,28	2,24
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,249	0,239	0,235	0,226
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,66	3,58	3,52	3,48
Groupement sulfonique		mmol/kg	76,75			
Groupement carboxylique		mmol/kg	106			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,11	2,95	2,83	2,72
	Indice de rupture	N·m/g	41,6	45,6	47,4	51,4
	Allongement à la rupture	%	1,95	1,92	1,92	1,99
	Absorption d'énergie	J/m ²	32,4	35,4	37,1	41,1
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,33	2,6	2,79	2,96
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	8,72	9,01	8,52	8,18
Propriétés optiques	Blancheur	%	49,2	49,7	49,7	49,5
	Opacité	%	93,9	94,3	94,7	94,7
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	42,8	44,1	44,8	44,7
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	4,25	4,16	4,3	4,33
	CIELAB	L	%	84,1	84,4	84,4
		a [*]	%	0,72	0,61	0,72
		b [*]	%	15,39	15,39	15,26

Tableau B.4 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 3)

Propriétés		Unités	4-5	4-6	4-7	4-8
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,46	11,34	11,15	12,21
Indice d'égouttage CSF		mL	193	159	133	92
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,21	0,18	0,15	0,09
Bauer McNett	R14	%	10,9	10,8	10,4	7,5
	R28	%	31,8	31,2	30,4	28,9
	R48	%	21,8	21,8	21,8	21,6
	R100	%	14,4	14,3	14,6	14,9
	R200	%	6,1	6,2	6,8	6,8
	P200	%	15	15,7	16	20,3
Longueur de fibre	L _a	mm	0,78	0,77	0,76	0,72
	L _w		1,69	1,67	1,65	1,58
	L _{ww}		2,36	2,36	2,33	2,27
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,243	0,243	0,238	0,219
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,78	3,67	3,51	3,44
Groupement sulfonique		mmol/kg	52,95			
Groupement carboxylique		mmol/kg	103,65			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,26	3,03	2,92	2,8
	Indice de rupture	N·m/g	38,3	42,5	47,5	50,9
	Allongement à la rupture	%	1,67	1,86	1,99	1,99
	Absorption d'énergie	J/m ²	25,3	31,8	37,7	41
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,17	2,33	2,54	2,75
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	8,8	8,8	8,52	8,31
Propriétés optiques	Blancheur	%	47,1	47,1	47,6	47,2
	Opacité	%	94,8	95	94,9	95,5
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	43	43,3	44,7	45,4
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	4,89	4,85	4,95	5,03
	CIELAB	L	%	83,1	83,2	83,4
		a*	%	1,06	1,1	1,15
		b*	%	15,83	16,13	15,96

Tableau B.5 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 4)

Propriétés		Unités	5-4	5-5	5-6	5-9
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	9,78	10,79	11,25	12,85
Indice d'égouttage CSF		mL	240	179	156	93
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,23	0,21	0,19	0,1
Bauer McNett	R14	%	11,3	9,6	9	6,1
	R28	%	32	31,6	29,6	29,1
	R48	%	22	21,4	21,1	22
	R100	%	14,6	14,3	14,4	15,4
	R200	%	5,9	6	6,2	7
	P200	%	14,2	17,1	19,7	20,4
Longueur de fibre	L _a	mm	0,78	0,74	0,73	0,69
	L _w		1,68	1,64	1,63	1,52
	L _{ww}		2,36	2,31	2,32	2,18
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,269	0,258	0,253	0,229
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,79	3,7	3,59	3,49
Groupement sulfonique		mmol/kg	51,15			
Groupement carboxylique		mmol/kg	101,6			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,25	3,11	3,04	2,8
	Indice de rupture	N·m/g	37,4	41,2	44,5	44,5
	Allongement à la rupture	%	1,79	1,81	1,98	1,64
	Absorption d'énergie	J/m ²	27,5	30,7	35,8	28,4
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	1,96	2,31	2,4	2,59
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	9,41	8,67	8,66	8,45
Propriétés optiques	Blancheur	%	47	47,7	48,4	48,3
	Opacité	%	94,5	95,1	95	95,2
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	41,7	43,7	44,8	45,6
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	4,67	4,8	4,68	4,67
	CIELAB	L	%	83,1	83,4	83,8
		a*	%	0,98	0,88	0,84
		b*	%	16,07	15,75	15,64

Tableau B.6 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 5)

Propriétés		Unités	6-5	6-7	6-9	6-10
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,96	11,63	12,74	13,01
Indice d'égouttage CSF		mL	206	163	115	85
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,26	0,17	0,13	0,08
Bauer McNett	R14	%	6,6	7,3	5,9	4,8
	R28	%	32,1	31	29,8	28,8
	R48	%	22,4	21,5	21,7	22,5
	R100	%	15,4	14,4	15	15,7
	R200	%	6,2	6,1	6,7	7,2
	P200	%	17,3	19,7	20,9	21
Longueur de fibre	L _a	mm	0,76	0,75	0,72	0,7
	L _w		1,65	1,63	1,57	1,53
	L _{ww}		2,32	2,3	2,24	2,17
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,263	0,251	0,237	0,227
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,78	3,7	3,6	3,46
Groupement sulfonique		mmol/kg	30,55			
Groupement carboxylique		mmol/kg	89,95			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,33	3,04	2,96	2,81
	Indice de rupture	N·m/g	33,7	40,4	44,3	48,7
	Allongement à la rupture	%	1,5	1,78	1,81	2,05
	Absorption d'énergie	J/m ²	20	28,8	31,8	40,3
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,01	2,23	2,52	2,67
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	8,89	9,06	8,22	8,15
Propriétés optiques	Blancheur	%	47,9	48,2	48,7	48,8
	Opacité	%	94,5	94,5	95,1	95,2
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	43,3	43,6	46,4	46,8
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	4,49	4,35	4,52	4,55
	CIELAB	L	%	83,8	84	84,1
		a [*]	%	0,94	0,84	0,82
		b [*]	%	16,31	16,23	15,97

Tableau B.7 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 6)

Propriétés		Unités	7-6	7-7	7-8	7-9	
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,25	10,49	11,2	11,48	
Indice d'égouttage CSF		mL	260	213	190	133	
Rejets Pulmac (0,004'')		%	0,19	0,17	0,12	0,07	
Bauer McNett	R14	%	9,7	8,2	7,1	6,4	
	R28	%	33,5	32,2	32,1	31,2	
	R48	%	22,2	21,8	22	22,5	
	R100	%	14,7	14,7	14,8	15,4	
	R200	%	5,8	6,1	6,2	6,7	
	P200	%	14,1	17	17,8	17,8	
Longueur de fibre	L _a	mm	0,8	0,79	0,75	0,72	
	L _w		1,68	1,66	1,65	1,56	
	L _{ww}		2,36	2,31	2,3	2,23	
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,258	0,252	0,252	0,243	
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,73	3,66	3,6	3,5	
Groupement sulfonique		mmol/kg	64				
Groupement carboxylique		mmol/kg	100,2				
Propriétés physiques	Volume spécifique		cm³/g	3,43	3,38	3,28	3,03
	Indice de rupture		N·m/g	35,9	36,1	40,6	44,7
	Allongement à la rupture		%	1,62	1,62	1,69	1,89
	Absorption d'énergie		J/m²	23,2	23,3	27,7	33,9
	Indice d'éclatement		kPa·m²/g	1,92	1,96	2,12	2,39
	Indice de déchirure		mN·m²/g	9,25	8,91	9,26	8,5
Propriétés optiques	Blancheur		%	50,3	50,9	51,2	51,2
	Opacité		%	93,4	93,5	93,7	94,1
	Coeff. de diffusion S		m²/kg	42,2	43,2	43,8	45,4
	Coeff. d'absorption K		m²/kg	3,85	3,85	3,81	3,86
	CIELAB	L	%	84,7	85	85,1	85,1
		a*	%	0,55	0,52	0,44	0,5
		b*	%	15,27	15,15	15,02	14,86

Tableau B.8 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 7)

Propriétés		Unités	8-6	8-8	8-9	8-10
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,52	11,44	12,32	13,18
Indice d'égouttage CSF		mL	238	164	120	86
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,28	0,26	0,25	0,18
Bauer McNett	R14	%	7,2	6	5,3	3,6
	R28	%	30,9	30,5	29	27,7
	R48	%	22,9	23,4	23,2	23,4
	R100	%	14,7	15,2	15,4	15,8
	R200	%	6,2	6,5	7,1	7,6
	P200	%	18,1	18,4	20	21,9
Longueur de fibre	L _a	mm	0,76	0,71	0,69	0,66
	L _w		1,62	1,56	1,54	1,47
	L _{ww}		2,29	2,22	2,22	2,14
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,261	0,252	0,248	0,245
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,77	3,67	3,59	3,57
Groupement sulfonique		mmol/kg	14,95			
Groupement carboxylique		mmol/kg	88,6			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,18	2,98	2,81	2,66
	Indice de rupture	N·m/g	36	40,8	44,7	49,1
	Allongement à la rupture	%	1,77	1,6	1,96	2,03
	Absorption d'énergie	J/m ²	26,7	23,6	36,4	41
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	1,87	2,12	2,53	2,56
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	8,8	8,9	8,78	8,5
Propriétés optiques	Blancheur	%	45,1	45,6	46,3	46,6
	Opacité	%	95,8	96,2	96,3	96,6
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	44,1	45,8	47,3	48,9
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	5,26	5,38	5,22	5,4
	CIELAB	L	%	82,6	82,8	83,3
		a [*]	%	1,5	1,39	1,27
		b [*]	%	17,37	17,1	17,06

Tableau B.9 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 8)

Propriétés		Unités	9-7	9-8	9-9	9-10
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	9,92	10,27	10,78	11,04
Indice d'égouttage CSF		mL	240	180	151	122
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,5	0,39	0,27	0,42
Bauer McNett	R14	%	7,9	5,8	5,2	4,6
	R28	%	34,4	31,6	31,1	30,3
	R48	%	24,3	23,3	23,7	23,6
	R100	%	15,6	15,2	15,8	15,6
	R200	%	6,4	6,6	6,9	6,9
	P200	%	11,4	17,5	17,3	19
Longueur de fibre	L _a	mm	0,76	0,74	0,7	0,68
	L _w		1,64	1,58	1,52	1,5
	L _{ww}		2,32	2,24	2,19	2,15
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,272	0,26	0,252	0,244
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,78	3,68	3,6	3,58
Groupement sulfonique		mmol/kg	31,55			
Groupement carboxylique		mmol/kg	89,95			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,36	3,13	3,01	2,92
	Indice de rupture	N·m/g	35,1	39,1	41,2	44,1
	Allongement à la rupture	%	1,63	1,76	1,85	1,91
	Absorption d'énergie	J/m ²	23,3	28,2	31	34,2
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	1,84	2,15	2,31	2,29
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	9,17	9,36	8,62	8,32
Propriétés optiques	Blancheur	%	47,3	47,8	48,2	48,2
	Opacité	%	95	95,1	95,3	95,3
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	43,1	44,7	45,6	46,1
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	4,57	4,62	4,61	4,68
	CIELAB	L	%	83,6	83,8	83,9
		a [*]	%	1,03	1,01	0,96
		b [*]	%	16,48	16,27	16,19

Tableau B.10 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 9)

Propriétés		Unités	10-3	10-4	10-6	10-8
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,51	11,5	12,65	14,04
Indice d'égouttage CSF		mL	255	196	121	68
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,57	0,56	0,35	0,21
Bauer McNett	R14	%	9,2	11,1	8,7	5,6
	R28	%	32,9	32,1	30	28,3
	R48	%	22,8	22,5	21,6	22,4
	R100	%	14,7	14,8	14,4	15,4
	R200	%	5,9	6,4	6,6	7,7
	P200	%	14,5	13,1	18,7	20,6
Longueur de fibre	L _a	mm	0,75	0,74	0,72	0,67
	L _w		1,66	1,63	1,62	1,48
	L _{ww}		2,33	2,32	2,31	2,14
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,277	0,246	0,239	0,235
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,92	3,6	3,5	3,36
Groupement sulfonique		mmol/kg	56,9			
Groupement carboxylique		mmol/kg	99,3			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,35	3,15	2,87	2,71
	Indice de rupture	N·m/g	37,6	41,4	47,6	54,7
	Allongement à la rupture	%	1,82	1,87	1,94	2,21
	Absorption d'énergie	J/m ²	28,2	32,2	37,6	49,5
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	1,99	2,2	2,59	2,84
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	9,03	9,04	8,41	8
Propriétés optiques	Blancheur	%	47,4	48,5	48,8	49,6
	Opacité	%	94,4	94,6	94,9	95,5
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	41,8	43,3	44,9	48,1
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	4,65	4,48	4,49	4,69
	CIELAB	L	%	83,4	83,8	84
		a*	%	0,97	0,93	0,89
		b*	%	16,07	15,72	15,63

Tableau B.11 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 10)

Propriétés		Unités	11-5	11-7	11-8	11-10
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	9,87	11,24	11,89	12,93
Indice d'égouttage CSF		mL	270	175	140	90
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,6	0,46	0,35	0,23
Bauer McNett	R14	%	10,7	9,4	8,4	4,9
	R28	%	32,5	31,5	30,8	28,8
	R48	%	22,1	22	22,3	23,5
	R100	%	14,2	14,5	14,9	16,3
	R200	%	5,9	6,3	6,7	7,7
	P200	%	14,6	16,3	16,9	18,8
Longueur de fibre	L _a	mm	0,79	0,74	0,7	0,66
	L _w		1,68	1,64	1,57	1,45
	L _{ww}		2,35	2,35	2,25	2,11
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,26	0,249	0,243	0,238
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,71	3,62	3,51	3,36
Groupement sulfonique		mmol/kg	64,05			
Groupement carboxylique		mmol/kg	96,6			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,38	3,1	2,96	2,7
	Indice de rupture	N·m/g	36,1	42,4	45,2	51,6
	Allongement à la rupture	%	1,66	1,7	1,85	2,06
	Absorption d'énergie	J/m ²	24,5	3,9	34,2	43,5
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	1,85	2,36	2,49	2,62
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	9,59	8,91	9,03	7,82
Propriétés optiques	Blancheur	%	48,2	49	49,1	49,4
	Opacité	%	94,1	94,6	94,7	95,2
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	41,8	43,9	44,1	46,4
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	4,29	4,29	4,28	4,47
	CIELAB	L	%	83,6	84,2	84,3
		a*	%	1,02	1	1,03
		b*	%	16,01	15,78	15,73

Tableau B.12 Propriétés des pâtes et papiers obtenues par raffinage sélectif lors de l'optimisation de la sulfonation (section 11)

Propriétés		Unités	12-8	12-9	12-10	12-11
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,44	10,8	12,66	12,95
Indice d'égouttage CSF		mL	215	187	127	80
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,44	0,37	0,21	0,13
Bauer McNett	R14	%	7,2	6,2	5,3	3
	R28	%	31,4	29,8	28,4	25,3
	R48	%	22,9	23,3	23,4	23,8
	R100	%	15,2	15,5	16	17
	R200	%	6,4	6,9	7,4	8,2
	P200	%	16,9	18,3	19,5	22,7
Longueur de fibre	L _a	mm	0,72	0,69	0,64	0,62
	L _w		1,6	1,55	1,48	1,39
	L _{ww}		2,27	2,23	2,17	2,04
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,27	0,26	0,249	0,235
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	3,87	3,73	3,65	3,6
Groupement sulfonique		mmol/kg	7,9			
Groupement carboxylique		mmol/kg	83,35			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,24	3,21	3,07	2,83
	Indice de rupture	N·m/g	35,2	36,3	42,3	45,6
	Allongement à la rupture	%	1,66	1,64	1,98	1,85
	Absorption d'énergie	J/m ²	23,5	23,6	34,7	33,4
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	1,9	2,01	2,26	2,49
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	8,88	8,7	8,3	6,59
Propriétés optiques	Blancheur	%	47,4	48	48,5	48,2
	Opacité	%	94,8	94,9	95,4	95,6
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	43,8	45,5	47,1	48,3
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	4,65	4,52	4,65	4,92
	CIELAB	L	%	83,7	84,1	84,2
		a [*]	%	0,9	0,9	0,92
		b [*]	%	16,76	16,64	16,38

Annexe C - Résultats expérimentaux – Essais de vérifications

Tableau C.1 Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PTM des fibres longues produite par un raffinage sélectif

Propriétés		Unités	T2-5	T2-6	T2-7	T2-8
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	11,24	11,94	13,1	13,84
Indice d'égouttage CSF		mL	178	149	108	87
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,382	0,278	0,14	0,122
Bauer McNett	R14	%	9,4	8,7	7,4	6,7
	R28	%	30,5	29,1	28,2	27,2
	R48	%	21,2	21,6	21,3	21,2
	R100	%	13,5	13,8	13,9	13,9
	R200	%	6,3	6,6	6,9	6,2
	P200	%	19,1	20,2	22,3	24,8
Longueur de fibre	L _a	mm	0,688	0,685	0,648	0,635
	L _w		1,685	1,644	1,579	1,549
	L _{ww}		2,489	2,423	2,351	2,302
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,291	0,28	0,274	0,263
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	4,276	4,12	4,059	3,924
Groupement sulfonique		mmol/kg	1,5			
Groupement carboxylique		mmol/kg	77,4			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,12	3,05	2,84	2,73
	Indice de rupture	N·m/g	39,1	40,4	44,7	46,4
	Allongement à la rupture	%	1,8	1,99	2,14	2,04
	Absorption d'énergie	J/m ²	29	32,9	39,6	38,4
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,12	2,31	2,53	2,65
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	9,27	9,08	8,95	8,79
Propriétés optiques	Blancheur	%	47	47,6	47,7	48,1
	Opacité	%	96,3	96,1	96,4	96,3
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	47,7	48,6	49,4	50,3
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	5,24	5,16	5,31	5,2
	CIELAB	L	83,4	83,6	83,6	83,8
		a [*]	0,78	0,75	0,77	0,71
		b [*]	16,47	16,32	16,1	16,08

**Tableau C.2 Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PTM
produite par un raffinage de la pâte entière**

Propriétés		Unités	T1-5	T1-7	T1-9	T1-10
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,51	11,498	12,738	13,627
Indice d'égouttage CSF		mL	158,4	120	91	69
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,258	0,17	0,14	0,1
Bauer McNett	R14	%	2,9	2,3	2,2	2,1
	R28	%	24,3	22,7	21,8	20,3
	R48	%	19,8	20	20,2	19,9
	R100	%	14	14,7	14,9	14,9
	R200	%	6,3	6,8	6,8	7,7
	P200	%	32,7	33,5	34,1	35,1
Longueur de fibre	L _a	mm	0,558	0,527	0,516	0,5
	L _w		1,492	1,434	1,398	1,353
	L _{ww}		2,346	2,279	2,232	2,177
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,315	0,290	0,285	0,276
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	4,632	4,535	4,487	4,33
Groupement sulfonique		mmol/kg	2,5			
Groupement carboxylique		mmol/kg	81,9			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,21	2,95	2,82	2,68
	Indice de rupture	N·m/g	29,5	34,3	36,2	39,9
	Allongement à la rupture	%	1,48	1,65	1,74	1,81
	Absorption d'énergie	J/m ²	17,2	23,1	25,8	29,6
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	1,5	1,74	1,9	2,13
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	7,91	7,85	7,68	7,41
Propriétés optiques	Blancheur	%	48,4	48,8	48,7	48,7
	Opacité	%	96,9	97,5	97,9	98
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	53,8	56,2	58,9	59,4
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	5,56	5,72	6,09	6,24
	CIELAB	L	%	83,4	84	83,8
		a [*]	%	0,51	0,51	0,51
		b [*]	%	15,8	15,49	15,31

Tableau C.3 Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PTM reconstituée par la PTM des fibres longues avec des fibres courtes

Propriétés		Unités	MT2-5	MT2-6	MT2-7	MT2-8
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	9,69	10,24	11,16	11,74
Indice d'égouttage CSF		mL	109	93	70	59
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,154	0,12	0,102	0,08
Bauer McNett	R14	%	5,2	4,4	4,2	3,8
	R28	%	25,7	24,1	23,1	21,9
	R48	%	17,9	17,5	17,1	17,4
	R100	%	12,6	12,6	12,4	12,7
	R200	%	7,3	7,6	7,8	8,1
	P200	%	31,3	33,8	35,4	36,1
Longueur de fibre	L _a	mm	0,575	0,552	0,558	0,536
	L _w		1,57	1,541	1,502	1,456
	L _{ww}		2,429	2,406	2,352	2,326
Masse linéique de fibre de R28		mg/m				
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm				
Groupement sulfonique		mmol/kg				
Groupement carboxylique		mmol/kg				
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	2,9	2,86	2,73	2,65
	Indice de rupture	N·m/g	38,9	40,3	43,4	44,4
	Allongement à la rupture	%	1,92	1,99	2,1	2,28
	Absorption d'énergie	J/m ²	31,5	33,5	37,8	42
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,13	2,29	2,45	2,45
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	8,57	8,12	7,93	7,81
Propriétés optiques	Blancheur	%	47	47,1	47,2	47,3
	Opacité	%	97,8	97,8	98	98,2
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	55	55,5	57,5	59,3
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	6,36	6,42	6,79	6,85
	CIELAB	L	%	82,9	83	82,9
		a [*]	%	0,58	0,56	0,55
		b [*]	%	15,64	15,58	15,39

Tableau C.4 Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PCTM des fibres longues sulfonées produite par un raffinage sélectif

Propriétés		Unités	C1-2	C1-3	C1-4	C1-6
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	10,79	11,81	12,28	12,93
Indice d'égouttage CSF		mL	168	124	100	81
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,25	0,228	0,17	0,141
Bauer McNett	R14	%	11,2	9,8	9,2	9
	R28	%	33,8	33,1	32,2	31,4
	R48	%	19,8	19,6	19,9	19,2
	R100	%	12,9	13,2	13,1	13,1
	R200	%	5,8	6,2	6,5	6,8
	P200	%	16,5	18,1	19,1	20,5
Longueur de fibre	L _a	mm	0,729	0,683	0,69	0,664
	L _w		1,72	1,669	1,646	1,63
	L _{ww}		2,471	2,486	2,386	2,391
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,281	0,268	0,261	0,256
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	4,018	3,923	3,753	3,597
Groupement sulfonique		mmol/kg	40,6			
Groupement carboxylique		mmol/kg	95,8			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3	2,91	2,73	2,69
	Indice de rupture	N·m/g	43,2	45,6	50,7	52,5
	Allongement à la rupture	%	1,88	2	2,17	2,23
	Absorption d'énergie	J/m ²	33,5	37,6	45,3	48,2
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,4	2,6	2,88	2,97
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	9,48	9,34	9,2	9,14
Propriétés optiques	Blancheur	%	43,8	43,7	44,3	44,4
	Opacité	%	96,4	96,8	96,7	96,8
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	43,8	45	45,4	46,2
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	6,1	6,43	6,28	6,27
	CIELAB	L	%	81,5	81,2	81,5
		a*	%	1,18	1,19	1,15
		b*	%	16,89	16,43	16,35

**Tableau C.5 Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PCTM
reconstituée par la PCTM des fibres longues avec des
fibres courtes**

Propriétés		Unités	MC1-2	MC1-3	MC1-4	MC1-6
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	9,33	10,14	10,51	11,02
Indice d'égouttage CSF		mL	105	82	71	58
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,108	0,094	0,054	0,034
Bauer McNett	R14	%	6,3	6,1	5,8	4,1
	R28	%	26,6	25,8	25,1	24
	R48	%	16,7	16,9	16,7	16,2
	R100	%	11,8	11,9	11,9	11,9
	R200	%	6,7	7,1	7,3	7,4
	P200	%	31,9	32,2	33,2	36,4
Longueur de fibre	L _a	mm	0,613	0,57	0,567	0,537
	L _w		1,636	1,568	1,548	1,506
	L _{ww}		2,457	2,433	2,364	2,348
Masse linéique de fibre de R28		mg/m				
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm				
Groupement sulfonique		mmol/kg				
Groupement carboxylique		mmol/kg				
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	2,81	2,72	2,59	2,56
	Indice de rupture	N·m/g	43	45,4	48,2	49,1
	Allongement à la rupture	%	1,95	2,09	2,21	2,21
	Absorption d'énergie	J/m ²	34,8	39,5	44,5	44,5
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,32	2,44	2,5	2,72
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	8,23	8,13	7,89	7,77
Propriétés optiques	Blancheur	%	45,2	45,4	45,3	45,1
	Opacité	%	97,8	98,1	98,3	98,3
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	52,3	53,6	54,6	55,6
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	6,91	7,19	7,5	7,5
	CIELAB	L	81,9	81,8	81,7	81,6
		a [*]	0,68	0,64	0,67	0,75
		b [*]	15,83	15,54	15,51	15,55

Tableau C.6 Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PCTM des fibres entières sulfonées produites par un raffinage sur la pâte entière

Propriétés		Unités	C4-3	C4-5	C4-7	C4-8
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	9,28	10,06	11,05	12,17
Indice d'égouttage CSF		mL	187	160	114	85
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,252	0,222	0,215	0,162
Bauer McNett	R14	%	6,6	6,4	3,1	2,6
	R28	%	29	26,7	25,5	24,6
	R48	%	19,6	19,1	19,1	19,1
	R100	%	14,8	14	14,8	14,9
	R200	%	6,6	6,9	7,2	7,7
	P200	%	23,4	26,9	30,3	31,1
Longueur de fibre	L _a	mm	0,585	0,559	0,55	0,525
	L _w		1,551	1,499	1,473	1,386
	L _{ww}		2,368	2,342	2,282	2,191
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,298	0,278	0,274	0,271
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	4,465	4,254	4,188	4,126
Groupement sulfonique		mmol/kg	31,5			
Groupement carboxylique		mmol/kg	101,7			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,14	3,11	2,91	2,77
	Indice de rupture	N·m/g	34,5	36	39,8	43,8
	Allongement à la rupture	%	1,61	1,51	1,72	1,94
	Absorption d'énergie	J/m ²	23,1	21,1	27,5	35,2
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	1,66	1,76	2,04	2,17
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	7,67	7,99	7,84	7,75
Propriétés optiques	Blancheur	%	44,3	44,9	45,3	45,4
	Opacité	%	96,9	96,9	97,2	97,4
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	47,4	48,7	51,7	52,3
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	6	5,93	6,21	6,33
	CIELAB	L	%	82,2	82,6	82,6
		a [*]	%	0,59	0,46	0,48
		b [*]	%	17,62	17,46	17,17

Tableau C.7 Propriétés des pâtes et papiers provenant de la PCTM des copeaux sulfonés produite par un raffinage sur la pâte entière

Propriétés		Unités	C5-6	C5-7	C5-9	C5-10
Énergie spécifique de raffinage		MJ/kg	11,71	12,63	13,14	14,05
Indice d'égouttage CSF		mL	170	140	98	75
Rejets Pulmac (0,004")		%	0,288	0,235	0,176	0,117
Bauer McNett	R14	%	8,3	7,8	5,5	4,6
	R28	%	30,4	29,2	27,8	26,4
	R48	%	17	17,4	18,2	19,1
	R100	%	10,2	10,7	11,3	12,3
	R200	%	4,9	5,7	6,3	7
	P200	%	29,2	29,2	30,9	30,6
Longueur de fibre	L _a	mm	0,681	0,646	0,609	0,59
	L _w		1,805	1,762	1,632	1,559
	L _{ww}		2,62	2,569	2,426	2,314
Masse linéique de fibre de R28		mg/m	0,303	0,291	0,287	0,275
Épaisseur de paroi de fibre de R28		µm	4,560	4,4385	4,394	4,236
Groupement sulfonique		mmol/kg	51,7			
Groupement carboxylique		mmol/kg	102			
Propriétés physiques	Volume spécifique	cm ³ /g	3,15	3,05	2,79	2,68
	Indice de rupture	N·m/g	41,2	43,2	46,4	50,3
	Allongement à la rupture	%	1,66	2,09	2,07	2,31
	Absorption d'énergie	J/m ²	32,6	36,2	39,6	48,5
	Indice d'éclatement	kPa·m ² /g	2,24	2,42	2,53	2,68
	Indice de déchirure	mN·m ² /g	9,77	9,21	8,85	8,08
Propriétés optiques	Blancheur	%	49,9	50,7	50,4	50,5
	Opacité	%	95,4	95,2	96	96,2
	Coeff. de diffusion S	m ² /kg	48,5	49,7	50,8	51,7
	Coeff. d'absorption K	m ² /kg	4,44	4,26	4,6	4,61
	CIELAB	L	%	84,8	85	84,8
		a*	%	-0,3	-0,25	-0,29
		b*	%	15,93	15,47	15,37

Annexe D - Publications

- Article I Development of Jack Pine fibres during selective refining of long fibre fraction after various chemical treatments
Youfeng Lin, Robert Lanouette
Journal of Pulp and Paper Science, 36(1-2): 62-68 (2010)
- Article II Quality impacts of chemical treatments and selective refining of Jack Pine TMP long fibre fraction
Youfeng Lin, Robert Lanouette
Appita, 65(2): 153-158 (2012)
- Article III Optimization of selective refining of sulfonated long fibres from Jack Pine: refining energy and pulp properties.
Youfeng Lin, Robert Lanouette
PAPTAC Annual Meeting, Montreal, Canada (2011)
- Article IV Optimization of selective refining of sulfonated long fibres from Jack Pine: fibre characteristics.
Youfeng Lin, Robert Lanouette
International Mechanical Pulping Conference, Xi'an, China (2011)
Submitted to J-For Journal
- Article V The production of mechanical pulp from Jack Pine: selective refining or whole-pulp refining?
Youfeng Lin, Robert Lanouette
PAPTAC Annual Meeting, Montreal, Canada (2012)
Submitted to J-For Journal